

# 糖肾康颗粒剂中黄芪甲甙和人参皂甙 Rg<sub>1</sub> 的含量测定

刘 斌,石任兵,李云谷,戴俊东,陈 娜(北京中医药大学中药学院,北京 100029)

摘要:用薄层扫描法测定糖肾康颗粒剂中黄芪甲甙和人参皂甙 Rg<sub>1</sub> 的含量。结果表明黄芪甲甙和人参皂甙 Rg<sub>1</sub> 的线性范围分别为 1.34 $\mu$ g~6.70 $\mu$ g 和 1.43 $\mu$ g~7.15 $\mu$ g,糖肾康颗粒剂中黄芪甲甙和人参皂甙 Rg<sub>1</sub> 的回收率分别为 97.74%和 95.77%。用此方法测定了 3 批样品中黄芪甲甙和人参皂甙 Rg<sub>1</sub> 的含量。

关键词:糖肾康颗粒剂;黄芪甲甙;人参皂甙 Rg<sub>1</sub>;薄层扫描法

中图分类号:R284.1 文献标识码:B 文章编号:1005-9903(1999)05-0007-03

## Determination of Astragaloside IV and Ginsenoside Rg<sub>1</sub> in Tangshenkang Granule

LIU Bin, SHI Ren-bin, LI Yun-gu, DAI Jun-dong, CHEN Na

(Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029)

**Abstract:** The contents of astragaloside IV and ginsenoside Rg<sub>1</sub> in Tangshenkang granule were determined with TLCS. The results showed that the linear range was 1.34 $\mu$ g~6.70 $\mu$ g for astragaloside IV and 1.43 $\mu$ g~7.15 $\mu$ g for ginsenoside Rg<sub>1</sub>, respectively. This method was used to determine astragaloside IV and ginsenoside Rg<sub>1</sub> in Tangshenkang granule with recovery of 97.74% and 95.77%, respectively. The contents of astragaloside IV and ginsenoside Rg<sub>1</sub> of three batches of samples were determined with this method.

**Key words:** Tangshenkang granule; astragaloside IV; ginsenoside Rg<sub>1</sub>; TLCS

糖肾康颗粒剂(以下简称糖肾康)由黄芪、三七、生地、夏枯草、大黄等药组成,具有益气养阴、化痰散结的功效。用于治疗糖尿病肾病证属气阴两虚、络脉瘀结者,疗效显著。黄芪、三七为方中主药。为控制产品内在质量,保证药效,我们确定黄芪中主要成分黄芪甲甙和三七中主要成分之一人参皂甙  $Rg_1$  含量为糖肾康的质量控制标准,并采用薄层扫描法对其进行含量测定。本文方法是在参考中国药典(九五版,一部)黄芪项下黄芪甲甙含量测定方法的基础上,结合糖肾康的实际情况,加以改进而来。经过对三批样品的含量测定,认为该方法操作简便、灵敏、干扰少、重现性好。

### 1 实验部分

**1.1 仪器与试药** CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津);1/10 万电子分析天平(日本岛津);定量毛细管(Drummond Scientific Co. USA);硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂);AB-8 型大孔树脂(天津南开大学化工厂);中性氧化铝(100~200 目,上海新城精细化工有限公司)。

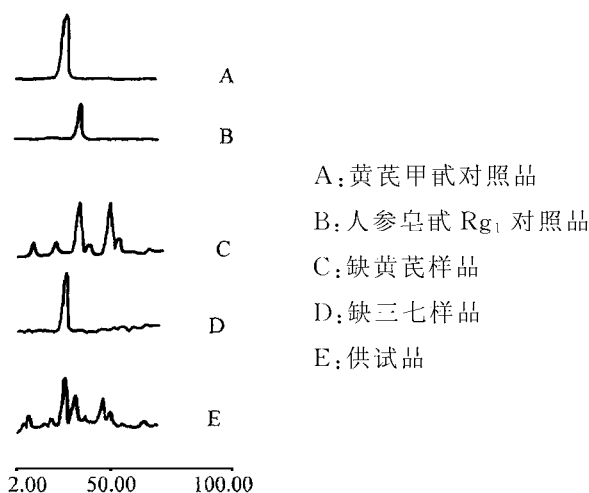
黄芪甲甙、人参皂甙  $Rg_1$  对照品购自中国药品生物制品检定所。糖肾康由本院中药制剂教研室提供。其他药品与试剂均为分析纯。

### 1.2 含量测定

**1.2.1 样品液的制备** 取糖肾康 2g,置索式提取器中,加甲醇 30ml 回流 4h。过滤,弃去初滤液,取续滤液 15ml 回收甲醇至干。残留物加水 10ml 溶解,用乙醚萃取 2 次(10ml × 2),水层挥去乙醚后,再用水饱和正丁醇萃取 4 次(15,10,10,10ml)。合并正丁醇液,用 1% NaOH 水溶液洗涤 2 次(10ml × 2),用水洗至中性后,减压回收正丁醇至干。残留物加水 5ml 溶解,通过 AB-8 型大孔树脂(3g, 12cm × 1cm)柱,先用水 50ml 洗脱,再用 40%乙醇 30ml 洗脱,最后用 70%乙醇洗脱,收集 70%乙醇洗脱液 60ml,蒸干。残留物加甲醇 2ml 溶解,作为样品液。

**1.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取黄芪甲甙对照品 2.68mg 和人参皂甙  $Rg_1$  对照品 2.68mg 于 2ml 容量瓶中,加甲醇溶解定容。

**1.2.3 薄层层析与扫描条件** 层析条件:吸附剂:硅胶 G 薄层板;展开剂:氯仿-甲醇-水(65 : 35 : 10)的下层溶液;展开方式:上行法;展距:8cm;显色剂:10%硫酸乙醇液浸板,105 C 烘约 7min。扫描条件:双波长反射法锯齿扫描,  $\lambda_S = 515nm$ ,  $\lambda_R = 650nm$ ,狭缝  $2.0 \times 2.0mm$ ,  $SX = 3$ ,灵敏度 X2。对照品、阴性样品供试品薄层扫描图谱见附图。



附图 对照品、阴性样品、供试品薄层扫描图

**1.2.4 线性关系的考察** 精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5  $\mu l$ , 点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述条件展开,显色,扫描测定。以对照品量为横坐标,色谱峰峰面积积分为纵坐标作图,得二条直线,分别计算得黄芪甲甙的回归方程为:  $Y = 24053.40x - 2320.50$ ,  $r = 0.9993$ , 人参皂甙  $Rg_1$  的回归方程为:  $Y = 35423.50x + 6554.38$ ,  $r = 0.9995$ 。表明黄芪甲甙和人参皂甙  $Rg_1$  分别在 1.34~6.70  $\mu g$  和 1.43~7.15  $\mu g$  范围内线性关系良好。

**1.2.5 稳定性试验** 取对照品溶液 3  $\mu l$  点样、展开、显色后,每间隔 15min 扫描测定一次色谱峰峰面积。结果色谱峰峰面积积分值在显色后 1.5h 内基本稳定,其中黄芪甲甙  $x = 79208.72$ ,  $RSD = 2.37\%$  ( $n = 7$ ); 人参皂甙  $Rg_1$   $x = 25737.41$ ,  $RSD = 2.12\%$  ( $n = 7$ )。

**1.2.6 精密度考察** 取对照品溶液  $3\mu\text{l}$  点样、展开、显色后,连续扫描测定 6 次,结果色谱峰峰面积积分值为  $x=79791.38$ (黄芪甲甙,  $RSD=0.56\%$ )和  $x=28775.03$ (人参皂甙  $Rg_1$ ,  $RSD=0.86\%$ )。取相同量对照品溶液点于同一块薄层板上,展开,显色后,扫描测定,结果色谱峰峰面积积分值为  $\bar{x}=78645.23$ (黄芪甲甙,  $n=6$ ,  $RSD=1.55\%$ )和  $\bar{x}=25171.67$ (人参皂甙  $Rg_1$ ,  $n=6$ ,  $RSD=1.23\%$ )。在 6 块不同的薄层板上,点相同量的对照品溶液,展开,显色后,扫描测定,结果色谱峰峰面积积分值为  $\bar{x}=76893.83$ (黄芪甲甙,  $n=6$ ,  $RSD=2.38\%$ )和  $\bar{x}=31853.47$ (人参皂甙  $Rg_1$ ,  $n=6$ ,  $RSD=2.77\%$ )。

**1.2.7 重现性试验** 对同一批号样品,按含量测定项下方法重复测定 4 次,黄芪甲甙和人参皂甙  $Rg_1$  含量分别为  $0.5728\text{mg/g}$  ( $RSD=0.58\%$ )和  $0.5363\text{mg/g}$  ( $RSD=1.09\%$ )。

表 1 回收率试验结果

	样品含量(mg)	加入量(mg)	测定总量(mg)	回收率(%)	$\bar{x}$ (%)	$RSD$ (%)
黄芪甲甙	0.6109	0.4170	1.0230	98.83	97.74	2.31
	0.6131	0.4726	1.0920	101.33		
	0.6113	0.5004	1.0949	96.64		
	0.6130	0.5560	1.1388	94.57		
	0.6084	0.5838	1.1767	97.35		
人参皂甙 $Rg_1$	0.5189	0.3930	0.8970	96.21	95.77	1.68
	0.5208	0.4454	0.9415	94.45		
	0.5193	0.4716	0.9682	95.19		
	0.5207	0.5240	1.0379	98.70		
	0.5168	0.5502	1.0359	94.31		

**1.2.8 回收率试验** 取同一批号样品 5 份,

加入不同量的黄芪甲甙和人参皂甙  $Rg_1$  对照品,按样品液制备项下方法制备供试液后,点样,展开,显色,扫描测定,计算回收率。结果见表 1。

**1.2.9 样品测定** 精密吸取样品液  $6\mu\text{l}$ ,对照品溶液  $1\mu\text{l}$  和  $4\mu\text{l}$ ,点于同一块薄层板上,展开,显色,扫描测定,用外标两点法计算黄芪甲甙和人参皂甙  $Rg_1$  的含量。结果见表 2。

表 2 糖肾康含量测定结果

批号	黄芪甲甙(mg/g)	$RSD$ (%)	人参皂甙 $Rg_1$ (mg/g)	$RSD$ (%)
971207	0.5311	1.87	0.5060	2.09
980115	0.5390	2.05	0.5179	1.31
980309	0.5697	2.47	0.5325	1.42

## 2 讨论

**2.1** 在制备样品液时,曾参考中国药典(九五版,一部)黄芪项下方法,用氨试液洗涤正丁醇萃取液,但在层析展开后发现背景颜色较深,不能准确定量。后改用  $1\%NaOH$  水溶液代替氨试液,展开后背景颜色减退,有利于定量,且不影响黄芪甲甙和人参皂甙  $Rg_1$  的回收率。

**2.2** 薄层用  $10\%$  硫酸乙醇液显色时,开始采用自动喷雾器 AUTO SPRAYING UNIT SPU-1 喷显色剂,结果发现显色后板与板之间误差较大,后改用浸板方法,情况改善。但需注意的是,因硫酸有腐蚀性,浸泡显色后,应将玻璃板背面的残留溶剂用湿布或滤纸擦干净,以免长时间造成扫描仪板面的腐蚀。

(收稿日期:1998-11-12)