

参维软胶囊中皂苷类成分和总多糖的含量测定[△]

白雪媛*, 孙立霞, 常桂娟, 杨吉平, 赵雨^{#a}, 赵大庆^{#b} (长春中医药大学, 长春 130117)

中图分类号 R283.65; R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)23-2155-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.23.15

摘要 目的: 建立测定参维软胶囊中总皂苷、3种人参皂苷与总多糖含量的方法。方法: 采用紫外分光光度法分别于545和490 nm波长处测定参维软胶囊中总皂苷和总多糖的含量; 采用高效液相色谱法同时测定人参皂苷Re、Rg₁、Rb₁的含量; 色谱柱为Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(梯度洗脱), 检测波长为203 nm, 柱温为30 ℃, 流速为1.0 ml/min。结果: 参维软胶囊中总皂苷的平均含量为0.48 mg/粒, 总多糖的平均含量为0.40 mg/粒, 人参皂苷Re、Rg₁、Rb₁的平均含量分别为16.5、19.0、15.9 μg/粒。3种含量测定方法均具有较好的线性(r 均>0.999 0)和较高的精密度、稳定性、重复性(RSD均<3%), 平均加样回收率均>92%, RSD均<3% ($n=9$ 或 $n=6$)。结论: 该方法简便易行、专属性强、准确可靠, 可用于参维软胶囊的质量控制。

关键词 参维软胶囊; 质量控制; 紫外分光光度法; 高效液相色谱法; 皂苷; 总多糖; 含量测定

Content Determination of Saponins and Total Polysaccharide in Shenwei Soft Capsules

BAI Xue-yuan, SUN Li-xia, CHANG Gui-juan, YANG Ji-ping, ZHAO Yu, ZHAO Da-qing (Changchun University of TCM, Changchun 130117, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the method for the content determination of total saponins, 3 kinds of ginsenoside and total polysaccharide in Shenwei soft capsules. METHODS: UV spectrophotometry was adopted to determine the contents of total saponins and total polysaccharide in Shenwei soft capsules at detection wavelength of 545 and 490 nm; HPLC method was used to determine the contents of ginsenoside Re, ginsenoside Rg₁ and ginsenoside Rb₁. Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm) column was used with mobile phase consisted of acetonitrile-water (gradient elution) at the flow rate of 1.0 ml/min. The detection wavelength was set at 203 nm and column temperature was 30 ℃. RESULTS: The content of total saponins was 0.48 mg/tablet, that of total polysaccharides was 0.40 mg/tablet, and the contents of ginsenoside Re, Rg₁ and Rb₁ were 16.5 μg/tablet, 19.0 μg/tablet and 15.9 μg/tablet averagely. All the methods had good linearity (r >0.999 0), precision, stability and reproducibility (RSD<3%). Average recoveries were all >92% (RSD<3%, $n=9$ or $n=6$). CONCLUSIONS: The methods are simple, specific, accurate and reliable, and it can be used for the quality control of Shenwei soft capsule.

KEY WORDS Shenwei soft capsule; Quality control; UV spectrophotometry; HPLC; Saponins; Total polysaccharides; Content determination

长春中医药大学自主研发的参维软胶囊由人参提取物、多种维生素及辅料加工制成, 经大量临床验证, 具有很好的提高人体免疫力的功能。为了对该制剂进行有效的质量控制, 本试验采用紫外分光光度法和高效液相色谱(HPLC)法相结合的方式对参维软胶囊中的皂苷类成分和总多糖进行综合评价, 以保证各批制剂之间的质量稳定。

1 材料

1.1 仪器

1100型HPLC仪(美国Agilent公司); UV-2550型紫外分光光度计(日本岛津公司); AB135-S型电子分析天平(瑞士Mettler Toledo公司, $d=0.0001$ g); KQ-3200B型超声波清洗器

(昆山市超声仪器有限公司, 功率: 45 W, 频率: 59 kHz); 5804R型离心机(德国Eppendorf公司)。

1.2 药品与试剂

参维软胶囊(长春中医药大学自制, 批号: 20120401、20120402、20120403); 人参皂苷Re(批号: 110754-201123)、人参皂苷Rg₁(批号: 703-201027)、人参皂苷Rb₁(批号: 110704-201122)、D-无水葡萄糖(批号: 110833-200904)对照品均购于中国食品药品检定研究院; D101型大孔吸附树脂(天津欧瑞生物科技有限公司); 甲醇、乙腈为色谱纯, 水为纯化水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 紫外分光光度法测定总皂苷含量

2.1.1 标准曲线的制备 分别精密量取人参皂苷Re对照品甲醇溶液(2.0 mg/ml) 20、30、50、80、100 μl(相当于含人参皂苷Re 40、60、100、160、200 μg), 置于10 ml具塞刻度试管中, 于水浴上挥干甲醇后准确加入0.2 ml 5%香草醛-冰乙酸溶液, 再加入0.8 ml高氯酸, 混匀后于60 ℃水浴上加热15 min, 取出, 迅速以冰水冷却2 min, 准确加入冰乙酸5.0 ml, 摇匀, 于545 nm波长处测定吸光度, 以相应的试剂为空白对照。以吸光度(y)

[△] 基金项目: 国家科技重大专项资助课题(No.2011ZX09401-305-02); 国家科技支撑计划资助课题(No.2012BAI29B05); 吉林省科技发展计划资助项目(No.YYZX2011134)

* 助理研究员, 硕士。研究方向: 中药有效成分及产品开发。电话: 0431-81660061。E-mail: baixy1212@163.com

^{#a} 通信作者: 研究员, 博士。研究方向: 中药有效成分及产品开发。电话: 0431-86172300。E-mail: cnzhaoyu@yahoo.com.cn

^{#b} 通信作者: 研究员, 博士。研究方向: 中药有效成分及产品开发。电话: 0431-86045317。E-mail: zhaodaqing1963@163.com

为纵坐标,对照品质量浓度(x)为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程为 $y=0.0041x-0.0002$ ($r=0.9996, n=5$)。结果表明,人参皂苷Re的质量浓度在6.6~33.3 $\mu\text{g/ml}$ 范围内与其吸光度呈良好的线性关系。

2.1.2 供试品溶液的制备^[1-2] 准确称取参维软胶囊(批号:20120401)内容物5 g,精密称定,加乙醚25 ml,振荡混匀,超声10 min,10 000 r/min离心5 min,弃去上层乙醚液,沉淀再加乙醚40 ml,同法操作,弃去并挥干乙醚后,沉淀加适量水溶解,待用。吸取脱脂后的样品溶液,通过预处理好的D101型大孔吸附树脂,用200 ml水洗脱,弃去洗脱液,再用200 ml 80%乙醇洗脱,收集洗脱液,置于蒸发皿中,于水浴上蒸干,残渣加甲醇使溶解并定量转移至2 ml量瓶中,摇匀,用微孔滤膜(0.22 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.1.3 精密度试验 取同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,于545 nm波长处测定吸光度,重复测定6次,考察方法的精密度。结果,RSD=1.5%($n=6$),表明本方法精密度良好。

2.1.4 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:20120401)适量,分别于0、10、20、40、80 min在545 nm波长处测定吸光度,考察方法的稳定性。结果,RSD=2.0%($n=5$),表明供试品溶液在80 min内稳定性良好。

2.1.5 重复性试验 取同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,共6份,分别按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,于545 nm波长处测定吸光度,计算总皂苷的含量,考察方法的重复性。结果,每一粒样品平均含总皂苷0.48 mg,RSD=2.4%($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.1.6 加样回收率试验 取已知样品含量的同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,共9份,每3份为一组,每组分别加入人参皂苷Re对照品1.0、1.5、2.0 mg,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,于545 nm波长处测定吸光度,计算总皂苷含量,并计算加样回收率。结果,总皂苷的平均加样回收率为98.5%,RSD=2.8%($n=9$)。

2.1.7 样品中总皂苷的含量测定 取3批参维软胶囊内容物各适量,分别按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,精密吸取200 μl 供试品溶液,于545 nm波长处测定吸光度,以相应的试剂为空白,依据标准曲线计算总皂苷含量。结果,3批样品(批号:20120401、20120402、20120403)中总皂苷的含量分别为每粒0.48、0.48、0.49 mg。

2.2 HPLC法同时测定参维软胶囊中3种人参皂苷的含量

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱:Diamondsil C₁₈(250 mm \times 4.6 mm,5 μm);流动相^[9-11]:乙腈-水,梯度洗脱(洗脱程序见表1);柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;流速:1.0 ml/min;检测波长:203 nm。理论板数按人参皂苷Re色谱峰计算应不低于2 000。

表1 流动相梯度洗脱程序

Tab 1 Gradient elution conditions of mobile phase

| 时间,min | 乙腈,% | 水,% |
|---------|-------|-------|
| 0~35 | 19 | 81 |
| >35~55 | 19~29 | 81~71 |
| >55~70 | 29 | 71 |
| >70~100 | 29~40 | 71~60 |

2.2.2 混合对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷Re、人参皂苷Rg₁与人参皂苷Rb₁对照品各适量,加甲醇制成每1 ml含人参皂苷Re 2.0 mg、人参皂苷Rg₁ 5.0 mg与人参皂苷Rb₁ 2.3 mg的混合对照品溶液(10 $^{\circ}\text{C}$ 以下贮藏)。

2.2.3 供试品溶液的制备 取参维软胶囊内容物10 g,精密称定,置50 ml离心管中,加乙醚40 ml,振荡混匀,超声10 min,10 000 r/min离心5 min,弃上层乙醚液,沉淀再加乙醚40 ml,同法操作,弃去并挥干乙醚后,沉淀加适量水溶解,待用。吸取脱脂后的样品溶液,通过预处理好的D101型大孔吸附树脂,用200 ml水洗脱,弃去洗脱液,再用200 ml 80%乙醇洗脱,收集洗脱液,置于蒸发皿中,于水浴上蒸干,残渣加甲醇使溶解并定量转移至2 ml量瓶中,摇匀,用微孔滤膜(0.22 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 取不含人参的处方,按制备工艺制成缺人参的阴性样品,再按“2.2.3”项下方法制成阴性对照溶液。

2.2.5 专属性考察 精密吸取供试品溶液、混合对照品溶液和阴性对照溶液各20 μl ,注入液相色谱仪中,按“2.2.1”项下色谱条件测定。结果表明,阴性对照在人参皂苷Re、人参皂苷Rg₁与人参皂苷Rb₁对照品相应的保留时间附近无干扰峰出现,表明本方法具有良好的专属性。色谱见图1。

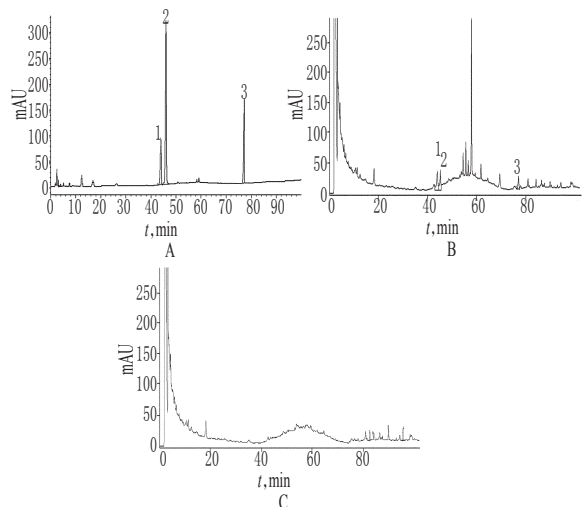


图1 高效液相色谱图

A.混合对照品;B.供试品;C.阴性对照;1.人参皂苷Rg₁;2.人参皂苷Re;3.人参皂苷Rb₁

Fig 1 HPLC chromatogram

A. mixed control; B. test sample; C. negative control; 1. ginsenoside Rg₁; 2. ginsenoside Re; 3. ginsenoside Rb₁

2.2.6 线性关系考察 分别精密吸取混合对照品溶液3、6、9、12、15 μl ,注入液相色谱仪中,按“2.2.1”项下色谱条件测定,记录峰面积。以进样量(x)为横坐标,峰面积积分值(y)为纵坐标,进行线性回归,得人参皂苷Re、人参皂苷Rg₁、人参皂苷Rb₁的回归方程分别为 $y=704.37x-48.3$ ($r=0.9997, n=5$)、 $y=172.77x-28.7$ ($r=0.9996, n=5$)、 $y=475.97x-86.3$ ($r=0.9996, n=5$)。结果表明,人参皂苷Re、人参皂苷Rg₁、人参皂苷Rb₁的进样量分别在6~30、15~75、6.9~34.5 μg 范围内与各自峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.2.7 精密度试验 取混合对照品溶液适量,重复进样6次,按“2.2.1”项下色谱条件测定,记录峰面积。结果,人参皂苷Re、人参皂苷Rg₁、人参皂苷Rb₁的RSD分别为1.88%、2.15%、2.10%(n 均为6),表明仪器精密度良好。

2.2.8 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:20120401)适量,分别于放置0、2、4、8、12 h时按“2.2.1”项下色谱条件进样

测定,记录峰面积。结果,人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{g₁}、人参皂苷 R_{b₁}的RSD分别为2.54%、2.07%、2.49%(*n*均为5),表明供试品溶液至少在12 h内稳定性良好。

2.2.9 重复性试验 取同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,共6份,精密称定,分别按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,照“2.2.1”项下色谱条件进样测定,计算3种人参皂苷的含量。结果,每一粒样品平均含人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{g₁}、人参皂苷 R_{b₁}分别为16.2、18.5、15.4 μg, RSD分别为2.01%、2.54%、2.83%(*n*均为6),表明本方法重复性良好。

2.2.10 加样回收率试验 精密称取已知含量的同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,共6份,分别加入3种人参皂苷对照品各适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,照“2.2.1”项下色谱条件进样测定,计算3种人参皂苷的含量和加样回收率,结果分别见表2~表4。

表2 人参皂苷 Re的加样回收率试验结果(*n*=6)

Tab 2 Results of recovery test of ginsenoside Re(*n*=6)

| 称样量/g | 样品含量, μg | 加入量, μg | 测得量, μg | 回收率, % | \bar{x} , % | RSD, % |
|--------|----------|---------|---------|--------|---------------|--------|
| 10.001 | 16.2 | 15 | 30.0 | 92.0 | | |
| 10.104 | 16.2 | 15 | 30.2 | 93.3 | | |
| 9.943 | 16.2 | 15 | 30.1 | 92.7 | 92.5 | 1.59 |
| 9.984 | 16.2 | 15 | 29.8 | 90.7 | | |
| 10.005 | 16.2 | 15 | 29.9 | 91.3 | | |
| 10.009 | 16.2 | 15 | 30.4 | 94.7 | | |

表3 人参皂苷 R_{g₁}的加样回收率试验结果(*n*=6)

Tab 3 Results of recovery test of ginsenoside R_{g₁}(*n*=6)

| 称样量/g | 样品含量, μg | 加入量, μg | 测得量, μg | 回收率, % | \bar{x} , % | RSD, % |
|--------|----------|---------|---------|--------|---------------|--------|
| 10.002 | 18.5 | 20 | 37.2 | 93.5 | | |
| 10.003 | 18.5 | 20 | 37.4 | 94.5 | | |
| 9.987 | 18.5 | 20 | 37.6 | 95.5 | 92.8 | 2.11 |
| 9.996 | 18.5 | 20 | 36.5 | 90.0 | | |
| 10.008 | 18.5 | 20 | 36.7 | 91.0 | | |
| 10.014 | 18.5 | 20 | 36.9 | 92.0 | | |

表4 人参皂苷 R_{b₁}的加样回收率试验结果(*n*=6)

Tab 4 Results of recovery test of ginsenoside R_{b₁}(*n*=6)

| 称样量/g | 样品含量, μg | 加入量, μg | 测得量, μg | 回收率, % | \bar{x} , % | RSD, % |
|--------|----------|---------|---------|--------|---------------|--------|
| 9.998 | 15.4 | 15 | 29.5 | 94.0 | | |
| 9.879 | 15.4 | 15 | 29.8 | 96.0 | | |
| 10.016 | 15.4 | 15 | 29.4 | 93.3 | 92.7 | 2.19 |
| 10.214 | 15.4 | 15 | 29.1 | 91.3 | | |
| 10.018 | 15.4 | 15 | 29.1 | 91.3 | | |
| 10.027 | 15.4 | 15 | 28.9 | 90.0 | | |

2.2.11 样品含量测定 取3批参维软胶囊内容物各适量,分别按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,照“2.2.1”项下色谱条件进样测定,计算3种人参皂苷的含量,结果见表5。

表5 参维软胶囊中人参皂苷的含量测定结果(*n*=6)

Tab 5 Content determination of ginsenosides in Shenwei soft capsule(*n*=6)

| 批号 | 人参皂苷含量, μg/粒 | | | RSD, % | | |
|----------|--------------|----------------------------|----------------------------|--------|----------------------------|----------------------------|
| | Re | R _{g₁} | R _{b₁} | Re | R _{g₁} | R _{b₁} |
| 20120401 | 16.2 | 18.5 | 15.4 | 2.01 | 2.54 | 2.83 |
| 20120402 | 17.0 | 19.3 | 16.7 | 2.18 | 2.84 | 2.06 |
| 20120403 | 16.4 | 19.1 | 15.7 | 2.52 | 2.31 | 2.73 |

2.3 紫外分光光度法测定总多糖含量

2.3.1 标准曲线的制备 分别精密吸取D-无水葡萄糖对照品

水溶液(40 μg/ml)0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6 ml,置于具塞试管中,分别以水补充至2.0 ml,然后加入6%苯酚1.0 ml,迅速摇匀,沿壁加入浓硫酸5.0 ml,边加边旋转试管,迅速摇匀,常温放置30 min,冷却,于490 nm波长处测定吸光度,以2.0 ml水为空白对照。以对照品质量浓度(*x*)为横坐标,吸光度(*y*)为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程为 $y=0.008 6x-0.028 7$ ($r=0.999 1, n=7$)。结果表明,D-无水葡萄糖的质量浓度在2~8 μg/ml范围内与其吸光度呈良好的线性关系。

2.3.2 供试品溶液的制备^[5-7] 取参维软胶囊内容物2.0 g,精密称定,置50 ml具塞离心管中,加入25 ml乙醚,混匀后超声10 min,10 000 r/min离心5 min,弃去乙醚液,同法再操作2次。取沉淀,加入20 ml水使溶解,然后加入乙醇使含醇量达到85%,4℃冰箱中放置12 h,0.45 μm微孔滤膜滤过,沉淀加适量水使充分溶解并定量转移至100 ml量瓶中,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,作为供试品溶液。

2.3.3 精密度试验 取同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液,于490 nm波长处测定吸光度,重复测定6次,考察方法的精密度。结果,RSD=0.90%(*n*=6),表明本方法精密度良好。

2.3.4 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:20120401)适量,分别于0、30、60、90、120 min在490 nm波长处测定吸光度,考察方法的稳定性。结果,RSD=1.8%(*n*=5),表明供试品溶液在120 min内稳定性良好。

2.3.5 重复性试验 取同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,共6份,分别按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液,于490 nm波长处测定吸光度,计算总多糖的含量,考察方法的重复性。结果,每一粒样品平均含总多糖0.41 mg, RSD=2.8%(*n*=6),表明本方法重复性良好。

2.3.6 加样回收率试验 取已知样品含量的同一批参维软胶囊(批号:20120401)内容物适量,共6份,分别加入D-无水葡萄糖对照品1.0 mg,按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液,于490 nm波长处测定吸光度,计算总多糖含量,并计算加样回收率。结果,总多糖的平均加样回收率为96.7%, RSD=2.9%(*n*=6)。

2.3.7 样品中总多糖的含量测定 取3批参维软胶囊内容物各适量,分别按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液,精密吸取2.0 ml供试品溶液,于490 nm波长处测定吸光度,以相应的试剂为空白,依据标准曲线计算总多糖含量。结果,3批样品(批号:20120401、20120402、20120403)中总多糖的含量分别为每粒0.41、0.39、0.40 mg。

3 讨论

在样品前处理过程中,采用乙醚除去软胶囊内容物中的大量油性辅料,并采用涡旋混合器充分振荡后超声处理的方式反复操作,从而减少了油性辅料对样品含量检测的干扰。在人参皂苷类成分的含量测定中,除去油性辅料后的样品通过大孔吸附树脂,可使人参皂苷类成分进一步得到富集,减少了紫外光谱和HPLC测定中水溶性杂质的干扰。在总多糖的含量测定中,利用多糖不溶于高质量分数乙醇的性质,采用85%乙醇对除去油性辅料后的样品进行初步纯化,从而减少了大量的水溶性杂质对样品含量测定的影响。

本试验通过紫外分光光度法和HPLC法相结合的方式,从多方面控制参维软胶囊的质量,从而保证了产品批次间的无

HPLC-ELSD法测定黑种草总皂苷提取物中黑种草皂苷A的含量^Δ

蔡晓翠*,贺金华,赵军,徐芳#,戎晓娟,毛艳(新疆维吾尔自治区药物研究所,乌鲁木齐 830004)

中图分类号 R284.1;R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)23-2158-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.23.16

摘要 目的:建立测定黑种草总皂苷提取物中黑种草皂苷A含量的方法。方法:采用高效液相色谱-蒸发光散射检测器(HPLC-ELSD)法。色谱柱为Cosmosil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-水(梯度洗脱),流速为1.0 ml/min,柱温为30 ℃,进样量为10 μl,ELSD的漂移管温度为65 ℃,气体流速为2.0 L/min。结果:黑种草皂苷A的质量浓度在0.183~2.562 mg/ml范围内与其峰面积积分值呈良好的线性关系($r=0.999\ 0$);精密度、稳定性、重复性试验的RSD均<2%;平均加样回收率为99.93%,RSD=1.60%($n=6$)。结论:该方法操作简便、重复性好、准确性高,可用于黑种草总皂苷提取物中黑种草皂苷A的含量测定。

关键词 黑种草总皂苷提取物;黑种草皂苷A;含量测定;高效液相色谱-蒸发光散射检测器法

Content Determination of Nigeglanoside A in Total Saponin Extract of *Nigella glandulifera* by HPLC-ELSD

CAI Xiao-cui, HE Jin-hua, ZHAO Jun, XU Fang, RONG Xiao-juan, MAO Yan(Xinjiang Uygur Autonomous Region Institute of Materia Medica, Urumqi 830004, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the determination of nige-glanoside A in total saponin extract of *Nigella glandulifera*. METHODS: HPLC-ELSD method was adopted. The separation was performed on Cosmosil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm) column with mobile phase consisted of acetonitrile-water (gradient elution) at the flow rate of 1.0 ml/min. The column temperature was 30 ℃ and injection volume was 10 μl. The drift tube temperature of ELSD was set at 65 ℃ with the flow rate of 2.0 L/min. RESULTS: The linear range of nige-glanoside A were 0.183-2.562 mg/ml($r=0.999\ 0$) with an average recovery of 99.93%(RSD=1.60%, $n=6$). RSDs of precision, stability and reproducibility tests were all lower than 2%. CONCLUSIONS: The method is simple, reproducible and accurate, and it can be used for the content determination of nige-glanoside A in total saponin extract of *N. glandulifera*.

KEY WORDS Total saponin extract of *Nigella glandulifera*; Nige-glanoside A; Content determination; HPLC-ELSD

黑种草子^[1],又名赛拉纳赫布、赛拉纳赫布-朝格,系维吾尔族习用药材,为毛茛科植物腺毛黑种草 *Nigella glandulifera* Preyn et Sint.的干燥成熟种子,味甘、辛,性温,有补肾健脑、通经、通乳、利尿、调理胃火、助消化、固齿的功效,可用于治疗耳鸣健忘、经闭乳少、热淋、石淋等症状。黑种草子中主要含黑种草碱、挥发油等成分,其挥发油类成分主要为百里香醌、黑

种草酮、槲皮素、皂苷等^[2]。皂苷类化合物由于结构中缺少光化学特征,用光学检测器不能很好地检测,因此本试验采用高效液相色谱(HPLC)-蒸发光散射检测器(ELSD)法建立了黑种草总皂苷提取物中黑种草皂苷A的含量测定方法,可为黑种草总皂苷提取物的质量控制提供理论依据。

1 材料

差异性。本方法简便易行、专属性强、准确可靠,可用于参维软胶囊的质量控制;同时也可为以五加科药材为主药的软胶囊类复方制剂的质量标准研究提供参考。

参考文献

- [1] 毛祖林,李晓波,龚文明,等.人参皂苷提取工艺优选[J].时珍国医国药,2008,19(11):2762.
- [2] 王辉,何伟,任军.大孔吸附树脂纯化人参皂苷类成分的工艺研究[J].中国药房,2009,20(24):1865.

- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:8.
- [4] 刘志宝,王爱民,苏红,等.HPLC-ELSD法测定心脉通软胶囊中三七皂苷R₁和人参皂苷R_{g1},R_{b1}的含量[J].中国中药杂志,2008,33(2):198.
- [5] 崔红华,李超英,张大方,等.用苯酚-硫酸法测定人参多糖含量的研究[J].中国中医药信息杂志,1999,6(2):24.
- [6] 宋利华,萧伟,鹿丽丽,等.正交试验优选人参多糖的提取工艺[J].中草药,2012,43(2):283.
- [7] 吴建梅,林宏英,赵李宏,等.同仁堂红参与高丽红参品质的初步比较研究:人参皂苷和人参多糖的含量测定[J].中国中药杂志,2007,32(7):573.

(收稿日期:2012-08-02 修回日期:2012-12-26)

^Δ 基金项目:新疆维吾尔自治区科技计划资助项目(No.201033121)
* 研究实习员。研究方向:药物分析及质量标准的建立。电话:0991-2326572。E-mail:cxcmaro@sina.com

通信作者:副研究员,硕士。研究方向:天然产物有效成分分析及药物制剂。电话:0991-2320227。E-mail:xufangxj@163.com