

紫外分光光度法测定玉屏风散中 黄芪甲苷的含量

谢红兵 常新耀 魏刚才 王永强

(河南科技学院动物科学学院 河南省新乡市华兰大道东段 453003)

摘 要 用紫外分光光度法测定了玉屏风散中黄芪甲苷的含量及对其稳定性进行了研究, 并对其结果进行了分析从而对本品质量进行控制。结果表明, 采用紫外分光光度法测定黄芪甲苷含量, 在波长为 $578 \pm 2\text{nm}$ 时, 浓度与吸光度呈线性关系, 回归方程为 $y = 0.080x + 0.051$, 相关系数 $r^2 = 0.9995$; 加样回收率为 97.38%, RSD 为 0.86% ($n = 6$)。该法简便易行、快速准确, 可作为玉屏风散中黄芪甲苷含量的测定。

关键词 紫外分光光度法, 玉屏风散, 黄芪甲苷。

中图分类号: O 657. 32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2008)06-1092-03

1 前言

玉屏风散出自元代朱丹溪的《丹溪心法》, 由黄芪、党参、白术、防风按 3 : 2 : 1 : 1 比例构成。是中医扶正固本的经典名方。人医临床多用于预防风寒感冒、呼吸道感染、变态反应性鼻炎、支气管哮喘等呼吸道疾病。近年来研究发现, 玉屏风散对免疫系统有广泛影响, 对体液免疫、细胞免疫、免疫调节及清除体内自由基等方面进行了较深入的探讨, 并取得了一定的进展^[1-3]。但是玉屏风散中有效成分含量的测定鲜见报道。本试验采用紫外分光光度法测定玉屏风散中黄芪甲苷含量, 并对结果进行了分析。

2 实验部分

2.1 实验样品

由福建省药店购买黄芪、党参、白术、防风按 3 : 2 : 1 : 1 比例构成。产地为福建省。甲醇 (GR); 硫酸 (GR)。黄芪甲苷对照样品由中国药品生物制品检验所提供。

2.2 实验仪器

上海天美 UV-7500 紫外分光光度计; FA 2004 分析天平 (上海仪器厂); CD 型中药多功能提取器 (无锡市大昊化工容器设备厂); 水浴锅; 实验用水为去离子水经石英亚沸蒸馏器蒸馏的水。

2.3 实验方法

2.3.1 实验条件

展开剂 氯仿 甲醇 水 = (6 : 5 : 3 : 5 : 1) 下层。

显色剂: 10% 硫酸乙醇溶液。

河南科技学院青年基金项目 (040107)

联系人, 手机: (0) 15090372964; E-mail: xhb9607@yahoo.com.cn

作者简介: 谢红兵 (1976—), 男, 湖北省洪湖市人, 硕士, 讲师, 主要从事动物生产与动物营养的教学科研工作。

收稿日期: 2008-09-25; 接受日期: 2008-10-11

2 3 2 样品的提纯

准确吸取本品 10m g 置于 125mL 的分液漏斗中, 采用减压控温方法, 温度控制在 55—60 、压力在- 0 05M pa (低压) 的在中药多功能提取器中进行水煮醇提浓缩、过滤成浸膏; 分别用水饱和的正丁醇 20, 15, 15, 10, 10mL 提取 5 次, 合并正丁醇提取液, 用旋转薄膜蒸发仪浓缩至干, 以甲醇溶解, 激烈震荡混合后用孔径为 0 45μm 的膜滤器过滤; 将滤液转移至 25mL 的容量瓶中用甲醇定容至 25mL, 准确吸取 0 1mL 于试管, 加新鲜配制的 5% 香草醛和 0 8mL 高氯酸; 于 70 水浴中加热 15m in, 冷却, 加冰醋酸 5mL, 摇匀后在 30m in 内用分光光度计, 在 578 ± 2nm 波长处测定吸光度。

2 3 3 样品的定性实验

硅胶G 薄层板放105 的烘干箱中烘烤30m in, 然后自然冷却, 然后在距板底2cm 处的同一水平线上分别吸取20μL 的样品和标准品, 将点样好的硅胶G 薄层板浸入展开剂中, 上盖上玻璃板, 放置 1h 后 (展开剂浸至硅胶 G 薄层板板底 12—14cm 处), 在紫外光检测器上看到同一水平线上有吉黄色的斑点。说明有黄芪甲苷的存在。

2 3 4 校准曲线的绘制及回归方程

准确吸取黄芪甲苷约 5mL, 用无水甲醇 10mL 定容, 精密吸取该溶液 0 1, 0 15, 0 2, 0 25, 0 3, 0 35, 0 4mL 于试管中, 将溶剂蒸干, 加新鲜配制的 5% 香草醛 (称取 5g 香草醛加冰醋酸 100mL 定容至 100mL 容量瓶中) 和 0 8mL 高氯酸, 于 70 水浴中加热 15m in, 冷却, 精密加入冰醋酸 5mL, 摇匀后在 30m in 内用紫外分光光度计, 在 578 ± 2nm 波长处测定吸光度, 据浓度与吸光度绘制校准曲线及回归方程, 回归方程及相关系数为 $y = 0 080x + 0 051 (r^2 = 0 9995)$ 。

3 结果与讨论

3 1 实验结果

取玉屏风散粉末过 50 目筛 1g, 准确称定, 按供试品溶液制备方法制备样品溶液, 按线性实验方法显色后测定吸光度, 计算含量, 结果见表 1。

3 2 黄芪甲苷稳定性实验

配制20μg/mL 的黄芪甲苷标准溶液, 每隔4h 测定一次, 黄芪甲苷在12h 内基本保持不变, 结果见表 2。从表 2 中看出本方法稳定性好。

表 1 黄芪甲苷测定结果		表 2 黄芪甲苷稳定性实验	
检测样品	黄芪甲苷实际含量 (mg/mL)	测定时间	测定结果 (μg/mL)
1	0 28	0	19 67
2	0 29	4	19 86
3	0 28	8	19 71
4	0 30	12	19 65
5	0 28		
6	0 26		

3 3 加样回收率实验

准确称取已知含量的样品, 共 6 份, 分别加入一定量的黄芪甲苷对照品, 依上述方法测定黄芪甲苷含量, 计算回收率, 结果见表 3。

从表 3 可以看出, 木实验的回收率达到基本要求, 说明该方法可以用于黄芪甲苷的检测。

4 结论

结果表明采用紫外分光光度法测定玉屏风散中黄芪甲苷含量是可行的, 而且黄芪甲苷为 0 28 ± 0 02 (mg/mL)。已知玉屏风散中的黄芪甲苷具有与血浆蛋白结合率高, 肝肺中分布较高, 脑中含

量较低等特点^[4-6], 并且具有正性肌力, 舒张血管, 保护血管内皮细胞, 抗炎, 抗病毒等多方面作用, 这些作用是通过阻止钙离子的释放、转运和积聚, 依赖内皮的 NO-cGMP (一氧化氮-环磷酸鸟苷系统) 途径, 清除氧自由基等途径来实现的^[7], 已有效应用于心、脑、血管疾病和其他疾病的治疗。但是其机制有待进一步的研究。

表 3 加样回收率测定结果

样品编号	样品含量(mg)	加入对照品含量(mg)	实际含量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD (%)
1	1.21	2.3	3.47	98.8	97.38	0.86
2	1.24	2.3	3.42	96.6		
3	1.28	2.3	3.43	95.8		
4	1.47	2.3	3.68	97.6		
5	1.29	2.3	3.41	97.7		

参考文献

- [1] 丁青龙, 林刚. 灵芝胶囊的稳定性研究[J]. 中华临床医药杂志, 2002, 22(3): 87.
- [2] 杜学勤. 黄芪中黄芪皂苷的提取分离工艺研究[J]. 中成药, 2008, 26(7): 46—48.
- [3] 王淑琴. 双波长薄层扫描法测定老君丹胶囊中黄芪甲苷含量[J]. 吉林中医药, 2008, 27(7): 63—65.
- [4] 吴杏梅. HPLC-ELSD 法测定贞芪扶正片黄芪甲苷的含量[J]. 中国现代药物应用, 2008, 23(10): 68—70.
- [6] 刘佳煜. HPLC-ELSD 法测定宫血停颗粒中黄芪甲苷的含量[J]. 中外医疗, 2008, 32(6): 25—28.
- [7] 江和基, 黄志坚, 谢红兵等. 精制玉屏风散对仔猪免疫功能和生长性能的影响[J]. 福建农林大学学报(自然科学版), 2006, 35(6): 640—643.

Determination of Astragaloside IV in Jade Screen Powder by UV-Spectrophotometry

XIE Hong-Bing CHANG Xin-Yao WEI Gang-Cai WANG Yong-Qiang
(Department of Animal Science, Henan Institute of Science and Technology, Xinxiang, Henan 453003, P. R. China)

Abstract Astragaloside IV in jade screen powder were determined by UV-spectrophotometry and the quality of jade screen powder can be controlled. The ultraviolet wavelength was at $578 \pm 2\text{nm}$, there was a linear relationship between concentration and absorbance. The regression equation was as follows: $y = 0.080x + 0.051$, $r^2 = 0.9995$. The average recovery is 97.38% with the RSD of 0.86% ($n = 6$). The method is simple, quick and accurate for the determination of the astragaloside IV in jade screen powder.

Key words UV-Spectrophotometry, Jade Screen Powder, Astragaloside IV.

本刊可上网查阅

由于本刊在 2001—2009 年被《中国核心期刊(遴选)数据库》收录, 全文上网, 因此, 读者、作者均可直接上网查阅。网址:

<http://www.periodicals.net.cn>

<http://www.wanfangdata.com.cn>

<http://gpsys.periodicals.net.cn>

<http://gps.chinajournal.net.cn>