

- [4] 徐彦贵, 何振海, 高仲阳, 等. 大黄滴眼剂的研制[J]. 中国药师, 2001, 4(2): 92.
- [5] 朱天琪, 张 萱, 陆丽珠. 肝脂消胶囊中总蒽醌衍生物的含量测定[J]. 中国中药杂志, 1995, 20(9): 544.
- [6] 王跃生, 陈馥馨, 刘雪峰, 等. 十种煎煮方法对大黄煎液中有有效成分含量的影响[J]. 中成药, 1990, 12(9): 5.
- [7] 包保全, 巴根那, 娜仁花, 等. 蒙药六味安消胶囊中蒽醌类成分含量测定[J]. 时珍国医国药, 2001, 12(2): 130.
- [8] 向征兵, 谢怀龙. 大黄及制剂中蒽醌类成分含量测定的研究近况[J]. 药学实践杂志, 1999, 17(1): 33.

收稿日期: 2002- 06- 10

比色法测定扶正平消胶囊黄芪总皂苷的含量

龚纯贵, 李捷伟, 赵 亮, 张国庆(上海东方肝胆外科医院药材料, 上海 200438)

摘要 目的: 确定扶正平消胶囊中黄芪总皂苷的含量测定方法, 并应用此方法对提取工艺初步筛选。方法: 水提、60% 醇提和水提醇沉三种方法制得粗提液样品, 用水饱和正 醇萃取后, 以自提黄芪甲苷为对照品, 采用比色法测定其中黄芪总皂苷的含量。结果: 水提、60% 醇提和水提醇沉三种方法所得的样品黄芪总皂苷平均含量分别为 0. 26%、0. 34% 和 0. 16%, 其中以 60% 醇提样品含量最高。结论: 可应用此方法对扶正平消胶囊质量进行控制。

关键词 比色法; 扶正平消胶囊; 黄芪皂苷

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006- 0111(2002)05- 0300- 03

Determination of total astragalosides in Fuzhengpingxiao capsules by colorimetric analysis

Gong Chun-gui, Li Jie-wei, Zhao Liang, Zhang Guo-qing (Department of Pharmacy, Eastern Hepatobiliary Surgery Hospital, Shanghai 200438, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method to determine the content of total astragalosides in Fuzhengpingxiao capsules, and primary research about the extraction has been done with this method. **METHODS:** Three different methods were used to prepare the crude extractive liquid, which were extracted by pure water, 60% alcohol and deposited by alcohol after extracted by pure water. The crude extractive liquid was extracted by n-butanol saturated by water. Colorimetric analysis was used to determine the content of total astragalosides.

RESULTS: The mean content of total astragalosides extracted by three different methods were 0. 26%, 0. 34% and 0. 16%, respectively. The amount of the total astragalosides extracted by 60% alcohol was the highest.

CONCLUSION: The method can be used to control the quality of Fuzhengpingxiao capsules.

KEY WORDS colorimetric analysis; Fuzhengpingxiao capsule; astragalosides

扶正平消胶囊是由黄芪、当归、全蝎、蜈蚣等 28 味中药组成的复方制剂, 具有扶正祛邪, 活血散结的功效。黄芪为处方中的主药之一, 主要含皂苷类成分。为了控制该药的质量, 我们以黄芪甲苷为对照品, 采用比色法测定其中黄芪总皂苷的含量。

1 仪器与试剂

岛津 UV-160A 型紫外-可见分光光度计(日本); 电热恒温水浴锅(上海跃进医疗器械厂); 黄芪、当归、全蝎、蜈蚣等药材由上海杨浦中药饮片厂提供; 甲醇、正丁醇、氨水、香草醛、硫酸、无水乙醇等均

为分析纯; 黄芪甲苷对照品自制; 实验用纯水由本制剂室自己生产。

2 方法与结果

2.1 药材提取方法

2.1.1 按 1/3 处方量药材, 共计 237g, 加 8 倍生药量的纯水, 加热煮沸, 文火维持 2h, 过滤; 残渣加 5 倍量纯水煮沸后文火维持 1h, 过滤; 合并滤液, 浓缩至按生药量比为 1:1。按此方法共提取 3 份, 作为水提粗提液样品。

2.1.2 按 1/3 处方量药材, 共计 237g, 加 8 倍生药量

的60%乙醇,回流2h,过滤;残渣加5倍量60%的乙醇回流1h,过滤;合并滤液,浓缩至按生药量比为1:1。按此方法共提取3份,作为醇提粗提液样品。

2.1.3 按1/3处方量药材,共计237g,加8倍生药量的纯水,加热煮沸,文火维持2h,过滤;残渣加5倍量纯水煮沸后文火维持1h,过滤;合并滤液,浓缩至按生药量比为2:1。浓缩液加入乙醇,使浓度达到65%,搅拌,静置过夜;过滤,回收乙醇,母液浓缩至按生药量比为1:1。按此方法共提取3份,作为水提醇沉粗提液样品。

2.2 黄芪甲苷对照品的标准曲线

2.2.1 黄芪甲苷对照品的制备^[1,2] 取10g黄芪饮片,磨成细粉,加甲醇250ml,回流提取4h,过滤,滤液回收甲醇并浓缩至干,残渣加水20ml,微热使溶解,用水饱和的正丁醇提取3次,每次40ml,合并正丁醇提取液,用氨试液提取3次,每次40ml,弃去氨液,正丁醇蒸干,残渣加水20ml,重复萃取精制两次,残渣烘干作为黄芪甲苷对照品。

2.2.2 标准曲线的制备^[3] 精密称取黄芪甲苷对

照品12.40mg,以无水乙醇定容入25ml容量瓶中,准确吸取此液0.15,0.30,0.45,0.60,0.75ml,分别加无水乙醇至0.75ml,再加入8%的香草醛试剂0.75ml,置于冰水浴中,加入72%硫酸溶液7.5ml,放入62℃水浴中保温20min,取出置冰水浴中冷却,摇匀,照比色法置544nm处测定其吸收度,结果见表1。

表1 黄芪甲苷对照品的吸收度测定结果

对照品体积 (ml)	测定液对照品浓度 (μg/ml)	吸收度
0.15	8.267	0.109
0.30	16.533	0.180
0.45	24.800	0.268
0.60	33.067	0.329
0.75	41.333	0.420

以测定液浓度为纵坐标,吸收度为横坐标,绘制标准曲线。得回归方程 $Y = 106.9X - 3.1236$, $r = 0.9985$ 。结果表明,黄芪甲苷浓度在8~40μg/ml之间有较好的线性关系。

2.2.3 回收率实验 精密称取黄芪甲苷对照品4.2mg,用无水乙醇定容入10ml容量瓶中,准确吸取0.5ml,按标准曲线测定方法测定,结果见表2。

表2 回收率实验结果

试验号	投入量(μg)	吸收值	浓度值(μg/ml)	测得量(μg)	回收率(%)	平均回收率	RSD
1	210	0.345	33.757	202.541	96.4%	95.0%	2.64%
2	210	0.353	34.612	207.673	98.9%		
3	210	0.331	32.260	193.562	92.2%		
4	210	0.344	33.650	201.900	96.1%		
5	210	0.334	32.581	195.486	93.1%		
6	210	0.348	34.078	204.466	97.4%		
7	210	0.334	32.581	195.486	93.1%		
8	210	0.333	32.474	194.845	92.8%		

2.3 黄芪总皂苷的含量测定

2.3.1 样品的处理^{2,4]} 三种方法所得的粗提液样品,分别取总体积的1/6量,加甲醇80ml,回流提取1h。过滤,滤液回收甲醇至干,残渣加水20ml,微热使溶解,用水饱和的正丁醇萃取3次,每次40ml,收集正丁醇层,合并3次萃取液;用氨试液萃取3次,每次40ml,弃去氨液;正丁醇蒸干,残渣加无水乙醇,微热使溶解,过滤,定容入25ml容量瓶中,作为样品溶液。

2.3.2 样品的测定 取各样品溶液,稀释20倍,取

稀释液0.5ml,加8%的香草醛试液0.5ml,置于冰水浴中,再加入72%的硫酸5ml,水浴62℃保温20min,取出置冰水浴中冷却,摇匀,置544nm处测定吸收度,按标准曲线计算出含量。结果见表3,醇提样品A1和水提醇沉样品A3吸收度与其余两份样品有显著差异,经F检验予以剔除。从表中可以看出醇提物总皂苷的含量较高。

2.3.3 精密度的实验 取醇提样品2,稀释20倍,作为精密度的实验样品。连续3d测定样品的吸收度,所得数据见表4。

表3 各样品含量测定结果(n=3)

样品	A1	A2	A3	$\bar{x} \pm S$	含量平均值(mg)	含量百分比(%)
水提	0.155	0.179	0.228	0.186 ± 0.0288	609.56	0.26
	0.155	0.203	0.195			
醇提	0.462	0.228	0.259	0.241 ± 0.0255	816.66	0.34
	0.429	0.212	0.266			
水提醇沉	0.167	0.094	0.253	0.133 ± 0.0360	369.53	0.16
	0.160	0.111	0.278			

注:醇提样品同水提样品比较 $P < 0.05$, 同水提醇沉样品比较 $P < 0.01$

表 4 精密度实验结果

	A1	A2	A3	平均值	RSD	日内精密度	日间精密度
第 1 天	0.310	0.303	0.312	0.308	1.5%	RSD = 1.57%	RSD = 2.73%
第 2 天	0.288	0.299	0.292	0.293	1.9%		
第 3 天	0.301	0.308	0.308	0.306	1.3%		

3 讨论

黄芪是扶正平消胶囊的主药之一,通过测定其总皂苷的浓度,可以很好地控制该药的质量,所以选择黄芪总皂苷的含量作为质量指标。实验结果表明本方法对黄芪总皂苷测定的结果稳定性较好,可以用于扶正平消胶囊的质量控制。

由于实验缺少黄芪甲苷标准品,所以采用自提黄芪甲苷作为对照品。从实验结果可以看出,本实验测得的黄芪总皂苷的含量要大于文献记载黄芪生药总皂苷的含量。其原因之一是扶正平消胶囊是一复方制剂,由多味药物组成,其他生药中也含有皂苷类成分,按照黄芪甲苷的提取方法,别的生药中所含的皂苷类成分可能会有部分提取出来,且在 544nm 处有吸收;原因之二在于自提黄芪甲苷对照品纯度

不够,使标准曲线值有所升高。

在提取物的萃取过程中,使用氨试液萃取时,不应剧烈振摇,以防乳化。

在实验过程中,对黄芪甲苷测定的准确度和精密度的主要影响因素是反应温度和反应时间,控制好这两个条件,测定结果的重现性较好。

参考文献:

- [1] 俞家华,曹正中,张勤. 膜荚黄芪中黄芪甲苷的含量测定[J]. 中药通报, 1986, 11(9): 38.
- [2] 中国药典[S]. 二部. 2000: 249.
- [3] 杜薇. 黄芪甲苷的提取及含量测定[J]. 时珍国药研究, 1996, 7(4): 217.
- [4] 王宝,苏健,鲁静. 黄芪甲苷的检测在中药质控中的应用[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(3): 161.

收稿日期: 2002-06-24

• 药物不良反应与相互作用 •

脑活素致痉挛性抽搐和疼痛 1 例

白春香(陕西省延安大学附属医院, 延安 716000)

中图分类号: R977.9

文献标识码: D

文章编号: 1006-0111(2002)05-0302-01

1 临床资料

患者 61 岁,既往史有:冠心病,左侧面神经炎后遗症,高血压 25 年。半年前曾患脑梗塞,留有后遗症:左侧上、下肌无力,说话吐字不清。患者来本院要求静脉点滴其从医院带回来的脑活素。生产厂家是奥地利依比威药厂(Batch No 800187, Manufacture date: 021998 Expiry date: 01 2003)。

查体: T36.5℃, BP140/80mmHg (18.7/10.6kPa), 给予脑活素(cerebrolysin) 20ml+5% 葡萄糖注射液 250ml iv gtt, 点滴剩余大约 20ml 时, 病人突然出现心慌气短、胸憋、呼吸困难、头痛、手、脚痉挛性抽搐、胃、腹痉挛性疼痛, 并放射到背部。当时立即停药, 查 BP140/80mmHg 同前, 给舌下含服硝酸异山梨酯 1 片, 山莨菪碱(654-2) 1 支, im, po 地西泮 1 片, 50% GS 40ml+ 地塞米松 10mg 静脉推注, 让家属按揉胃和腹部以缓解痉挛, 经治疗后, 患者症

状逐渐减轻, 而后恢复正常。

2 讨论

临床使用脑活素(cerebrolysin), 一般副作用轻微, 很少出现严重的不良反应。因为脑活素是用生物技术标准化的酶学降解法对纯化的猪脑蛋白所制造的一种肽制剂。如注射过快会有轻度热感, 极少数病例会出现寒颤, 轻度发烧。本例严重反应的出现, 虽属个别特殊情况, 但应引起临床注意。据患者主诉, 半年前因患脑梗塞在外地住院治疗时, 曾静滴过一次脑活素, 静滴十几分钟后就出现上述症状, 但较这次轻微。所以病人不相信他会对脑活素有这种不良反应, 这次来我院要求用脑活素, 隐瞒上次出现的不良反应, 才导致了再次发生不良反应的后果。据作者分析认为, 患者几次反应可能与脑梗塞后体质方面的差异有关, 所以特别提醒同行遇到此类病人, 应慎用此药, 以免发生不良反应, 给患者造成痛苦和危险。

收稿日期: 2002-04-17