

苯酚硫酸法测定肾石消胶囊中多糖的含量

沈阳药科大学(110015) 周采莉* 王 静 郭永恩 高文兰

摘 要 用苯酚硫酸法测定了肾石消胶囊中多糖的含量。方法简便、灵敏、颜色稳定,可作为该制剂的质量控制。

关键词 肾石消胶囊 多糖 分光光度法 含量测定

肾石消系由槲叶(壳斗科植物槲树 *Quercus dentata* Thumb. 的干燥叶)等几味中药组成。用于治疗气滞血瘀及湿热下注之肾,输尿管结石。其中槲叶多糖具有排石、抑石作用,因而测定多糖含量是有意义的。多糖含量测定方法已有报道^[1,2]。我们采用的是苯酚硫酸法^[3],多糖类在硫酸作用下,先水解成单糖分子,并迅速脱水生成糖醛衍生物,然后和苯酚缩合成有色化合物,以比色法测定其含量。

1 仪器与试剂

WFZ800-D₂ 型紫外-可见分光光度计(北京第二光学仪器厂),葡萄糖标准品为分析纯,浓硫酸为优级纯,苯酚试剂(取苯酚 200 g,加铝粉 0.2 g 和碳酸氢钠 0.1 g,蒸馏,收集 182 ℃ 馏份),新蒸苯酚配成 5%(g/v)的水溶液,待用。肾石消胶囊:由沈阳市东陵药物研究所提供。

2 方法

2.1 对照品与供试品溶液的制备

2.1.1 对照品溶液:精密称取 105 ℃ 干燥至恒重的葡萄糖 100 mg,置于小烧杯中,加适量水溶解,然后定量转移至 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。精密吸取上述标准溶液 10 mL 置 100 mL 容量瓶中,再加水稀至刻度,即得 0.1 mg/mL 对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液:精密称取 2 g 内容物,

置索氏提取器中,用无水乙醇回流提取至无色,残渣转移至 100 mL 容量瓶中,稀至刻度,摇匀,离心。精密取上清液 5 mL,加 6 mol/L 盐酸 5 mL,沸水浴加热 60 min,冷后加 1 滴酚酞指示液,用 6 mol/L 氢氧化钠调至微红色,定量转移至 25 mL 容量瓶中,稀至刻度,摇匀,离心,上清液备用。

2.2 标准曲线的绘制:精密量取葡萄糖对照品溶液(0.1 mg/mL)0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 mL,分别置于 10 mL 干燥比色管中,各加水至 1.00 mL,再分别加苯酚试剂 0.50 mL,摇匀,迅速滴加硫酸 2.50 mL,即刻摇匀,放置 5 min,冷至室温,同时做一空白,按分光光度法于 488 nm 波长处进行比色测定,测定结果见表 1。

表 1 A-C 数据					
C(μg/mL)	2.5	5.0	7.5	10.0	12.5
A	0.100	0.236	0.407	0.539	0.692

将上述数据作回归处理,得回归方程 $A = 0.059C - 0.0513$,相关系数 $r = 0.9994$ 。

2.3 供试品溶液含量测定:精密吸取供试液 0.05 mL,按标准曲线项下方法,自“加水至 1.00 mL”起,同法操作。结果表明多糖含量为 34.1 mg/粒。

2.4 稳定性试验:对供试品按前述含量测定方法测定,并于一定时间间隔观察吸收度的

* Address: Zhou Caiju, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang

周采莉 女,34 岁,1989 年毕业于吉林大学化学系,获理学硕士学位。毕业后至今,在沈阳药科大学分析化学教研室工作,现任讲师,主要从事分析化学的教学工作和药物分析的科研工作,曾参与了益发丰和肾石消胶囊质量标准制定的部分研究工作,现已发表论文 10 余篇。

变化,结果见表 2。结果表明,形成的颜色在 1 h 内基本稳定。

表 2 稳定性试验结果

t(min)	0	15	30	60	90	120
A	0.420	0.422	0.419	0.417	0.411	0.407

2.5 回收率试验:于供试品溶液中,准确加入葡萄糖对照品 10.0 mg,依法测定,测得平均回收率为 95.5%。

3 结果与讨论

3.1 在多糖测定中,因得到相应多糖标准品较困难,往往采用葡萄糖代替标准品,测定样

品多糖相对含量,因此本实验测定结果是以多糖的水解产物单糖来表示多糖的含量。

3.2 苯酚硫酸比色法测定多糖含量,方法简便易行,重现性好,所用显色剂宜临用现配并注意避光。

参考文献

1 Dubois M,et al. Anal Chem,1956,28:350
2 张惟杰.复合多糖生化研究技术.上海:上海科学技术出版社,1987.6
3 张金亭,等.吉林医药工业,1989,(2):3
(1996-09-104 收稿)

Phenol-Sulfuric Acid Method for the Determination of Polysaccharide in Shenshixiao Capsule

Zhou Caiju, Wang Jing and Gao Wenlan (Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110015)

Abstract Shenshixiao capsule(SX) is a TCM preparation with *Quercus dentata* Thunb. as its main ingredient. The polysaccharide content of which was said to possess lithagogue action. A phenol-sulfuric acid method for the determination of the polysaccharide content in SX was developed and proved to be easy, sensitive and reliable. The average recovery was 95.5% with RSD=1.5%.

Key Words Shenshixiao Capsule Polysaccharide determination

高效液相色谱法测定清宫龙凤宝中淫羊藿甙的含量

湖南省药品检验所(长沙 410001) 李文莉* 杜 赫

摘 要 用高效液相色谱法测定清宫龙凤宝中淫羊藿甙的含量,采用 Spherisorb C₁₈柱,4.6 mm×150 mm,流动相甲醇-水(50:50),流速 1.0 mL/min,检测波长 270 nm。测定结果平均回收率为 101.38%,RSD=2.1%。
关键词 清宫龙凤宝 淫羊藿甙 高效液相色谱法 含量测定

清宫龙凤宝〔湘卫药标字第 185 号(1993)〕是一种壮阳强肾,治疗因体质较弱引起的性机能疾病及因劳累过度引起的精力不济,大脑疲倦等症的新药。本药处方中的淫羊藿,具有补肝肾,强筋骨之功效。淫羊藿甙为淫羊藿的主要有效成分,因此,我们建立了高效液相色谱法测定本药中淫羊藿甙的定量方法。该法准确、简单、回收率高、重现性好、结

果满意。
1 仪器与试剂
仪器:日本岛津 LC-4A 高效液相色谱仪,SPD-2AS 紫外检测器,C-R2AX 数据处理机;SIL-2AS 自动进样器;CTO-2AS 恒温柱箱。
试剂:淫羊藿甙对照品(中国药品生物制品检定所);甲醇为色谱纯,乙酸乙酯为分析

* Address:Li Wenli,Hunan Municipal Institute for Drug Control,Changsha
李文莉,中南工业大学化学系毕业,学士,主管技师。主要从事中西药物的分析检验及药品质量标准的研究工作,几年来着重于药品的仪器分析研究,先后在《药物分析杂志》、《色谱》上发表有关氨甲环酸顺式异构体限量检查及 HPLC 法对柚皮甙的含量测定等论文,制订了正清风痛宁片剂、注射液,替硝唑栓等药品质量标准。