

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510017276.1

[51] Int. Cl.  
G01N 30/90 (2006.01)  
G01N 30/06 (2006.01)  
G01N 21/27 (2006.01)

[43] 公开日 2006年5月3日

[11] 公开号 CN 1766606A

[22] 申请日 2005.11.9

[21] 申请号 200510017276.1

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街5625号

[72] 发明人 刘志强 李惠琳 刘淑莹 宋凤瑞  
金东明

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司  
代理人 马守忠

权利要求书2页 说明书5页

## [54] 发明名称

甘参胶囊的成分检测方法

## [57] 摘要

本发明涉及一种甘参胶囊的成分检测方法。它包含对甘参胶囊中的人参、丹参、苦参的薄层鉴别和炙甘草中甘草酸的含量测定。检测甘参胶囊的成分含量及解决高效和定量的检测中成药的成分含量，本发明采取液相色谱技术结合薄层鉴别技术，提供能定性、定量检测中成药的成分含量的方法。本发明采用高效液相色谱检测甘参胶囊成药的炙甘草中盐甘草酸的含量，并定性鉴别人参、丹参、苦参的主要成分，从而为确保甘参胶囊成药成分的质量稳定、安全可靠，提供质量控制更科学和更高效方法。

1. 一种甘参胶囊的成分含量检测方法，其特征在于，包含如下步骤和条件：

(A) . 甘参胶囊药品的观察与薄层鉴别

(1)取甘参胶囊药品观察，内容物为棕黄色至棕褐色粉末；气微，味苦；

(2)取甘参胶囊药品内容物 2g，加氯仿 40ml，加热回流 1 小时，弃去氯仿液，药渣挥尽溶剂，加水 0.5ml 搅匀润湿后，加水饱和正丁醇 10ml，超声处理 30 分钟，离心，吸取上清液，加 3 倍量正丁醇饱和氨试液，摇匀，放置分层，取正丁醇层液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液；

取人参皂苷 Re、Rg<sub>1</sub> 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 Re、Rg<sub>1</sub> 各 2mg 的混合溶液，用薄层色谱法，吸取上述供试品溶液和对照品溶液两种溶液各 5ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿—甲醇—水(65:35:10)4℃放置过夜的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰；

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

(3)取甘参胶囊药品内容物 4g，加甲醇 50ml，超声 30min，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加水 10ml 使溶解，用氯仿提取 3 次，每次 10ml，氯仿液弃去；水液用乙醚提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，挥干乙醚，药渣加 1ml 甲醇溶解，作为供试品溶液；

另取原儿茶醛对照品，加甲醇使成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液；采用薄层色谱法，吸取上述两种溶液各 5ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿—丙酮—甲酸(60: 5: 1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2, 4—二硝基苯肼溶液，热风吹至显色清晰；

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

(4)取甘参胶囊药品内容物 2g，加氨水 1ml 润湿，加氯仿 30ml，加热回

流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加氯仿 1ml 使溶解，作为供试品溶液；

另取苦参碱对照品，加氯仿制成使每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液，采用薄层色谱法，吸取上述两种溶液各 4ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿-醋酸乙酯-丙酮-氨水(1.5:4:3:0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以改良碘化铋钾试液，热风吹至显色清晰；

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

#### (B) . 含量测定

(1) 色谱条件与系统适用性试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；乙腈-2%醋酸溶液(36:64)为流动相；检测波长为 250nm；理论板数按甘草酸峰计算应不低于 4000；

(2) 取甘草酸单铵盐对照品约 10mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀；再精密吸取 2ml 置 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得对照品溶液；

(3) 取甘参胶囊药品内容物 0.5g，精密称定，置索氏提取器中，加乙醚 50ml，加热回流 1 小时，弃去乙醚液，药渣挥尽乙醚置锥形瓶中，加甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 20kHz）1 小时，放冷，滤过，提取液挥干，加水 5ml 使溶解，通过 D101 大孔吸附树脂柱(内径 1cm，长 20cm)，以水 50ml 洗脱，弃去水液，再用 20%乙醇 60ml 洗脱，弃去 20%乙醇洗脱液，继用 80%乙醇 70ml 洗脱，收集洗脱液，置 100ml 量瓶中，加 80%乙醇至刻度，摇匀，即得供试品溶液；

(4) 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10ul，注入液相色谱仪，测定，即得对照品溶液与供试品溶液的甘草酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}$ ) 含量；甘参胶囊成品每粒 (0.4g/粒) 含甘草以甘草酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}$ ) 计不得少于 3.0mg 即为合格品。

## 甘参胶囊的成分检测方法

### 技术领域

本发明涉及一种甘参胶囊的成分检测方法。

### 背景技术

传统中成药检测方法只能定性说明中成药的成分。高效和定量的检测中成药的成分，是现代中药产业急需解决的技术问题。

### 发明内容

为了解决高效和定量的检测中成药的成分含量，本发明采取液相色谱技术结合薄层鉴别技术，提供能定性、定量检测中成药的成分含量的方法。本发明采用高效液相色谱检测甘参胶囊成药的炙甘草中甘草酸的含量，并定性鉴别人参、丹参、苦参的主要成分，从而为确保甘参胶囊成药成分的质量稳定、安全可靠，提供质量控制更科学和更高效方法。

本发明的目的是提供一种对甘参胶囊药品的成分含量进行有效的定性、定量检测方法。

实现本发明的主要技术方案是：

#### 1. 甘参胶囊药品的观察与薄层鉴别

(1)取甘参胶囊药品观察，内容物为棕黄色至棕褐色粉末；气微，味苦；

(2)取甘参胶囊药品内容物 2g，加氯仿 40ml，加热回流 1 小时，弃去氯仿液，药渣挥尽溶剂，加水 0.5ml 搅匀润湿后，加水饱和正丁醇 10ml，超声处理 30 分钟，离心，吸取上清液，加 3 倍量正丁醇饱和氨试液，摇匀，放置分层，取正丁醇层液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。

取人参皂苷 Re、Rg<sub>1</sub> 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 Re、Rg<sub>1</sub> 各 2mg 的混合溶液，用薄层色谱法，吸取上述供试品溶液和对照品溶液两种溶液各 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿—甲醇—水(65:35:10)4℃放置

过夜的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰。

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

(3)取甘参胶囊药品内容物 4g，加甲醇 50ml，超声 30min，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加水 10ml 使溶解，用氯仿提取 3 次，每次 10ml，氯仿液弃去；水液用乙醚提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，挥干乙醚，药渣加 1ml 甲醇溶解，作为供试品溶液。

另取原儿茶醛对照品，加甲醇使成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。采用薄层色谱法，吸取上述两种溶液各 5ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿-丙酮-甲酸(60: 5: 1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2, 4-二硝基苯肼溶液，热风吹至显色清晰。

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

(4)取甘参胶囊药品内容物 2g，加氨水 1ml 润湿，加氯仿 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加氯仿 1ml 使溶解，作为供试品溶液。

另取苦参碱对照品，加氯仿制成使每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。采用薄层色谱法，吸取上述两种溶液各 4ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿-醋酸乙酯-丙酮-氨水(1.5:4:3:0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以改良碘化铋钾试液，热风吹至显色清晰。

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

## 2. 含量测定

(1)色谱条件与系统适用性试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；乙腈-2%醋酸溶液(36:64)为流动相；检测波长为 250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 4000。

(2)取甘草酸单铵盐对照品约 10mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀；再精密吸取 2ml 置 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得对照品溶液。

(3)取甘参胶囊药品内容物 0.5g，精密称定，置索氏提取器中，加乙醚

50ml, 加热回流 1 小时, 弃去乙醚液, 药渣挥尽乙醚置锥形瓶中, 加甲醇 50ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 20kHz) 1 小时, 放冷, 滤过, 提取液挥干, 加水 5ml 使溶解, 通过 D101 大孔吸附树脂柱(内径 1cm, 长 20cm), 以水 50ml 洗脱, 弃去水液。再用 20%乙醇 60ml 洗脱, 弃去 20%乙醇洗脱液, 继用 80%乙醇 70ml 洗脱, 收集洗脱液, 置 100ml 量瓶中, 加 80%乙醇至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。

(4)分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10ul, 注入液相色谱仪, 测定, 即得对照品溶液与供试品溶液的甘草酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}$ ) 含量。甘参胶囊成品每粒 (0.4g/粒) 含甘草以甘草酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}$ ) 计不得少于 3.0mg 即为合格品。

上述步骤并不需要按照先后顺序进行。而且同时还可以进行常规检测, 该甘参胶囊成品为胶囊剂, 符合胶囊剂项下有关的各项规定(中国药典 2000 年版一部附录 I L)。经本发明的方法检测, 符合以上条件的甘参胶囊成品为合格品。

本发明定性和定量检测了甘参胶囊成品的成分含量, 有利于对甘参胶囊成品的质量的科学和有效控制。

### 具体实施方式

实施例 1: 一种甘参胶囊成品的成分含量检测方法, 包含如下步骤和条件:

#### 1. 甘参胶囊成品的观察与薄层鉴别

(1)取甘参胶囊成品观察, 内容物为棕黄色至棕褐色粉末; 气微, 味苦;

(2)取甘参胶囊成品内容物 2g, 加氯仿 40ml, 加热回流 1 小时, 弃去氯仿液, 药渣挥尽溶剂, 加水 0.5ml 搅匀润湿后, 加水饱和正丁醇 10ml, 超声处理 30 分钟, 离心, 吸取上清液, 加 3 倍量正丁醇饱和氨试液, 摇匀, 放置分层, 取正丁醇层液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。

另取人参皂苷 Re、Rg<sub>1</sub> 对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 Re、Rg<sub>1</sub> 各 2mg

的混合溶液。采用薄层色谱法，吸取上述两种供试品溶液和对照品溶液各 5ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿—甲醇—水(65:35:10)4℃放置过夜的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，105℃加热至斑点显色清晰。

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

(3)取甘参胶囊药品内容物 4g，加甲醇 50ml，超声 30min，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加水 10ml 使溶解，用氯仿提取 3 次，每次 10ml，氯仿液弃去；水液用乙醚提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，挥干乙醚，药渣加 1ml 甲醇溶解，作为供试品溶液。

另取原儿茶醛对照品，加甲醇使成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。采用薄层色谱法，吸取上述两种溶液各 5ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿—丙酮—甲酸(60:5:1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2, 4—二硝基苯肼溶液，热风吹至显色清晰。

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；

(4)取甘参胶囊药品内容物 2g，加氨水 1ml 润湿，加氯仿 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加氯仿 1ml 使溶解，作为供试品溶液。

另取苦参碱对照品，加氯仿制成使每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。甘参胶囊药品，吸取上述两种溶液各 4ul，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿—醋酸乙酯—丙酮—氨水(1.5:4:3:0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以改良碘化铋钾试液，热风吹至显色清晰。

检测品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

## 2. 含量测定

(1)色谱条件与系统适用性试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；乙腈-2%醋酸溶液(36: 64)为流动相；检测波长为 250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 4000。

(2)取甘草酸单铵盐对照品约 10mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀；再精密吸取 2ml 置 10ml 量瓶中，用甲醇稀释至

刻度，摇匀，即得对照品溶液。

(3)取甘参胶囊药品内容物 0.5g，精密称定，置索氏提取器中，加乙醚 50ml，加热回流 1 小时，弃去乙醚液，药渣挥尽乙醚置锥形瓶中，加甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 20kHz）1 小时，放冷，滤过，提取液挥干，加水 5ml 使溶解，通过 D101 大孔吸附树脂柱(内径 1cm，长 20cm)，以水 50ml 洗脱，弃去水液。再用 20%乙醇 60ml 洗脱，弃去 20%乙醇洗脱液，继用 80%乙醇 70ml 洗脱，收集洗脱液，置 100ml 量瓶中，加 80%乙醇至刻度，摇匀，即得供试品溶液。

(4)分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10ul，注入液相色谱仪，测定，即得对照品溶液与供试品溶液的甘草酸（ $C_{42}H_{62}O_{16}$ ）含量，甘参胶囊成品每粒（0.4g/粒）含甘草以甘草酸（ $C_{42}H_{62}O_{16}$ ）计不得少于 3.0mg 即为合格品。。

上述步骤并不需要按照先后顺序进行。