

# 薄层扫描法测定玉屏风散中黄芪甲甙的含量

山东省药品检验所(济南 250012) 徐丽华\* 何心亮 赵渤海

**摘要** 采用双波长薄层扫描法对玉屏风散中黄芪甲甙进行定量分析。结果表明,方法准确,重视性好。可作为该制剂的质量控制方法之一。

**关键词** 玉屏风散 黄芪甲甙 薄层扫描法

玉屏风散源自《丹溪心法》,系由黄芪、白术、防风 3 味药物组成<sup>[1,2]</sup>。具有益气健脾、固表止汗之功效。方中黄芪为主要药味,黄芪甲甙系黄芪主要活性成分之一。本文以黄芪甲甙为指标进行了定量分析,结果满意。

## 1 仪器与试药

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(Drummond Co),硅胶 G(青岛海洋化工厂),黄芪甲甙(中国药品生物制品检定所),玉屏风散(山东省医学科学院提供),所用试剂均为分析纯。

## 2 实验条件

2.1 薄层层析条件:硅胶 G 薄层析(取硅胶 G,加 3 倍量水,研匀,以自动铺板仪铺板,厚度 0.3mm),室温自然干燥后,备用。

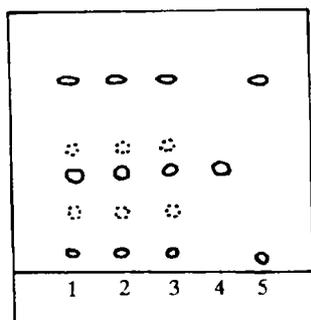


图 薄层图谱

1、2、3-3 批样品 4-黄芪甲甙 5-空白样品

展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)振摇后,取下层液。显色剂:10%硫酸乙醇液。显色和检出:105℃烘约 15min 薄层图谱见图。

2.2 扫描条件:双波长反射锯齿形扫描, $\lambda_s = 515\text{nm}$ , $\lambda_R = 700\text{nm}$ , $S_x = 3$ ,狭缝 1.2×1.2mm,灵敏度:中。

## 3 方法及结果

3.1 对照品溶液的制备:精密称取黄芪甲甙对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备:精密吸取黄芪甲甙对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、8.0、10.0 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以上述条件展开,显色,扫描。以点样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线。求得回归方程  $Y = -24.37 + 3869.46X$ ,相关系数  $r = 0.9983$ 。

3.3 样品溶液的制备:精密称取玉屏风散约 5g,加甲醇约 80ml,索氏提取 4h,提取液蒸干,残渣加饱和食盐水 20ml 使溶解,并转移至分液漏斗中,用以水饱和的正丁醇提取 6 次,每次 20ml,合并提取液,浓缩至约 20ml,用 1%NaOH 液洗涤 3 次,每次 20ml,再用以正丁醇饱和的水洗至中性。取正丁醇溶液,加氧化镁 7g,搅拌,蒸干,装入滤纸筒,于索氏提取器中,用醇提取至提取液无色,提取液蒸干,残渣用甲醇溶解并稀释至 5ml,摇匀,作为样品溶液。

3.4 样品测定:吸取上述样品溶液 5 $\mu\text{l}$ ,对照品溶液 4 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一薄层板上,展开,显色,进行扫描测定。计算样品中黄芪甲甙的含量。结果见表。

\* Address: Xu Lihua, Shandong Provincial Institute for Drug Control, Jinan

表 样品中黄芪甲甙的含量

批号	含量(%)	变异系数 CV(%)
92903-1-0	0.0376	3.58(n=4)
92903-1-5	0.0332	3.03(n=7)
92903-1-8	0.0369	4.01(n=4)
92903-1-9	0.0364	3.82(n=4)
92903-2-0	0.0368	2.96(n=4)
92903-2-8	0.0386	3.47(n=4)

3.5 加样回收率试验:精密称取已知含量的玉屏风散 2.5g,准确加入黄芪甲甙对照品适量,依法测定,计算回收率。其平均回收率为 96.3%,变异数 CV=1.22%(n=4)。

3.6 稳定性试验:吸取黄芪甲甙对照品溶液于薄层板上,展开,显色,每隔 30min 测定一次。结果在 3h 内斑点峰面积积分值基本稳定,其变异系数 CV=3.214%(n=7)。

3.7 精密度测定:吸取黄芪甲甙对照品溶液,在同一块薄层板上点相同量 6 点,展开,显色,测定,计算变异系数为 CV=3.384%(n=6)。

#### 4 讨论

4.1 样品处理,采用 1%NaOH 溶液洗涤,

系除去酸性成分,使杂质斑点明显减少,但在黄芪甲甙斑点下方紧接一大的黑色斑点,用氧化镁处理,可将此黑色斑点去除,使得黄芪甲甙斑点周围无杂质斑点干扰。

4.2 有关黄芪甲甙测定的文献报道<sup>[4,5]</sup>,展开剂大多采用氯仿-甲醇-水(65:35:10)10℃以下放置过夜,取下层液。但作者在实验中发现,该展开剂将黄芪甲甙推至前沿而显一扁圆形斑点。因此,作者对其进行改进,将各溶媒仍按上述比例混匀,在室温下放置,待其分层,立即取下层浑浊液为展开剂,且在层析缸内预饱和 10min,可得到一圆而清晰的黄芪甲甙斑点。

#### 参考文献

- 1 章光文,等.中成药研究,1985(10):5
- 2 王华明.中成药研究,1988(3):35
- 3 章光文,等.中医药学报,1985(1):40
- 4 鲁静,等.中成药,1992,14(6):34
- 5 王兰霞,等.中成药,1992,14(6):16

(1995-03-16)

## 从虎杖中提取大黄素的生产工艺

天津市医药科学研究所(300070)

杨秀贤 王昕 吴寿全

虎杖系蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 的干燥根茎及根,具有抗菌、抗病毒和治疗了宫颈糜烂、慢性盆腔炎、阑尾炎、气管炎、高血脂、乙肝、银屑病及因放疗引起的白细胞减少症等疾病<sup>[1]</sup>。

虎杖的化学成分主要含蒽醌类,其中大黄素的含量较高。大黄素有抗病毒和抗癌作用<sup>[1-3]</sup>。我们将虎杖粗粉用 95%乙醇加热回流提取,经柱层析分离或直接用吡啶、95%乙醇重结晶,两种方法分离均得一橙黄色针晶,其熔点为 255~256℃,薄层层析  $R_f = 0.31$ ,MS 测定  $M^+$  为 270,IR、NMR、MS 光谱鉴定与已知大黄素文献报道基本一致<sup>[1,4]</sup>,确定为大黄素。

提取和分离:取虎杖粗粉 12kg,用 95%乙醇加热回流,提取 2 次后过滤,合并滤液,减压浓缩至浸膏(约得浸膏 2kg),备用。取浸膏 200g,用少量 95%

乙醇加热溶解,加 10 倍量水稀释,再加硫酸调至 pH=2,搅拌均匀,静置 24h 抽滤,得一棕色粉末(40g)。

a)取粉末 20g,用硅胶柱层析,以环己烷-丙酮(7:3)为洗脱剂,收集橙黄色段洗脱液,浓缩,待析出结晶后用吡啶、95%乙醇重结晶,得一橙黄色针晶,mp 为 255~256℃,  $R_f = 0.31$ ; b)另取棕色粉末 20g,直接用吡啶、95%乙醇重结晶,同样得到一橙黄色针晶,mp 255~256℃,  $R_f = 0.31$ ,2 种方法所得产品均为 5g 左右,测其混合熔点不下降。

#### 参考文献

- 1 廖兴媛,等.中国医院药学杂志,1988,8(5):214
- 2 樊仑振.新疆中医药,1986(3):49
- 3 陈琼华,等.药学学报,1980,15(2):65
- 4 中国人民解放军广字 173 部队防治慢性气管炎中草药研究组.中草药通讯,1974,(2):6

(1995-03-27 收稿)