

10 mL 量瓶中,以 50%乙醇稀释至刻度,经 0.45 μm 滤膜过滤即为供试品依法测定,由回归方程计算结果,见表 1。

表 1 样品测定结果

序号	葛根素(mg/片)	芍药甙(mg/片)
1	1.1	1.4
2	1.2	3.4
3	1.2	3.0
4*	0.8	2.9
5*	0.5	3.2

注:*留样样品

1.6 加样回收:精密称取已知含量的根痛平片粉末一定量,准确加入一定量的芍药甙及葛根素对照品依法提取测定,计算回收率。芍药甙为 95.78%,RSD=2.0%($n=3$),葛根素为 92.58%,RSD=2.3%($n=3$)。

2 讨论

2.1 芍药甙和葛根素均有一定的极性,用水或 50%乙醇提取都可以。但水提使色谱环境较差,同时易使柱子堵塞,比较之后在 50℃

水浴超声 30 min 用 50%乙醇较用水提色谱环境较好。

2.2 检测波长选择:芍药甙 $\lambda_{\text{max}}=230\text{ nm}$,葛根素 $\lambda_{\text{max}}=250\text{ nm}$,处方中白芍的量远大于葛根的量,所以选用 250 nm 为测定波长。

2.3 由测定结果可见,芍药甙的含量较均匀,说明工艺过程较稳定,而葛根素的含量差别较大,其原因可能是药材的采摘季节不同的影响^[4],在贮存过程中光照、湿度、温度等是否有影响,还有待进一步探讨。

参考文献

- 1 房其年,等.药学报,1983,18(9):695
- 2 白亚民,等.中草药,1992,23(1):18
- 3 朱有事,等.中草药,1992,23(2):72
- 4 Wen Kuoching, et al. J Chromatogr,1992,593:191
- 5 仲英,等.中草药,1992,23(6):294
- 6 Wen Kuoching, et al. J Chromatogr,1993,631:241
- 7 张小茜,等.中国中药杂志,1995,20(8):477

(1996-02-05 收稿)

溃疡宁胶囊定性实验

天津市第五中药厂(300050) 刘静红 韩学琴 王桂英 王淑芬

溃疡宁胶囊是以传统古方为基础,经调整处方配伍演化而成。该药具有清热解毒、制酸止痛,去腐生肌、愈合溃疡之功效。在治疗胃及十二指肠球部溃疡、幽门管溃疡、糜烂性胃炎等均有良好的效果。为控制药品内在质量,我们对该品的鉴别方法进行了探讨。

1 仪器与药品

珍珠、牛黄、青黛、冰片等;CS-930 型双波长薄层扫描仪,扫描方式:反射锯齿扫描,狭缝 1.2 mm \times 1.2 mm,灵敏度:MED;103 型气相层析仪;薄层板:青岛海洋化工厂;所用试剂均为分析纯。

2 鉴别

2.1 青黛的鉴别^[1]

2.1.1 TLC 鉴别:a)样品的制备:供试品溶液及对照品溶液的制备:取本品 1 g,加氯仿 10 mL 浸泡约

24 h,滤过,浓缩约至 5 mL,作为供试品溶液。另取青黛对照药材粉末 0.5 g 及不含青黛的成品粉末 0.5 g,各加氯仿 10 mL,同法制成对照药材溶液及空白对照液。再取靛玉红、靛蓝各 5 mg 加氯仿 5 mL 溶解,作为对照品溶液。

b)测定方法及结果:取上述溶液各约 4 μL ,分别点于硅胶 G 板上,以氯仿-乙醇(9:1)为展开剂,展开 10 cm,取出,晾干,样品及青黛对照溶液在相应的位置上有紫红色斑点($R_f=0.54$),在 $R_f=0.68$ 处有浅蓝色斑点,而空白对照液在两相应的位置上均无斑点。见图 1。

2.1.2 薄层扫描:取上述展开的薄板,对靛蓝点直接进行薄层扫描, $\lambda_s=540\text{ nm}$, $\lambda_R=650\text{ nm}$ 。

2.2 牛黄的鉴别^[2]

2.2.1 TLC 鉴别:a)样品的制备:供试品溶液及对

照品溶液的制备:取本品 1 g,加氯仿 10 mL 冷浸约 24 h,滤过,滤液浓缩约 5 mL 作为供试品溶液。另取人工牛黄对照药材粉末 0.02 g 及不含人工牛黄的成品粉末 1 g,分别加氯仿 10 mL,同法制成对照药材溶液及空白对照液。再取胆酸和去氧胆酸各 2 mg,溶于 2 mL 氯仿中,作为对照品溶液。

b)测定方法及结果:取上述溶液各约 4 μ L,分别点于硅胶 G 板上,以正己烷-乙酸乙酯-乙酸-甲醇(6:32:1:1)为展开剂,展开,取出稍干后用 10% 磷钼酸乙醇液喷雾,在 105 $^{\circ}$ C 下烘 10 min 后,供试品色谱中,在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上显相同的蓝色斑点,而空白溶液在两相应位置上则无此斑点。见图 1。

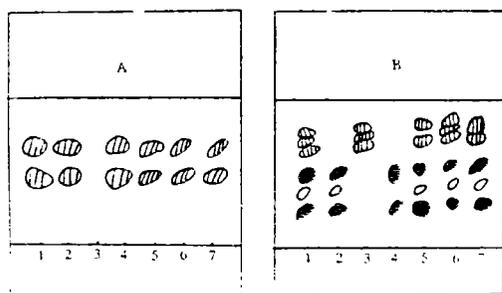


图 1 样品薄层图

A-青黛 B-牛黄

1-供试品 2-对照药材 3-空白 4-对照品 5-溃
疡宁样品 870587 批 6-870342 批 7-860688 批

2.2.2 薄层扫描:取 TLC 显色后的薄层板对 Rf 0.22~0.50 处进行扫描, $\lambda_s=540\text{nm}$, $\lambda_R=480\text{nm}$ 。

2.3 冰片的鉴别^[3]

2.3.1 色谱条件:固定液:5%聚乙二醇 2000,柱温:160 $^{\circ}$ C,氢焰温度:200 $^{\circ}$ C,气体流量: N_2 18 mL/min。

2.3.2 测定方法及结果:取本品 2 g,冰片 0.05 g,分别加入 10 mL 乙醚中,冷浸 24 h 后,滤过,滤液作为对照药材溶液及供试品溶液。作气相层析实验,纯冰片提取液与供试品提取液均出现了保留时间相同

的两峰,说明供试品中有冰片存在。见图 2。

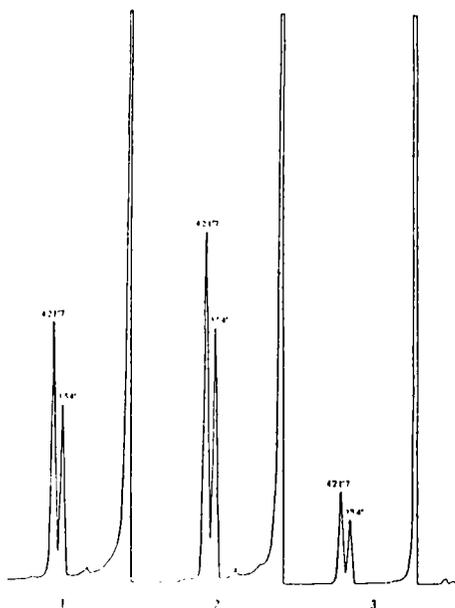


图 2 样品的气相色谱图

1-870342 批 2-876587 批 3-纯冰片

3 小结与讨论

3.1 在鉴别方法中采用生药、成品及空白对照同时进行 TLC 测定,可检出供试品中含有青黛、人工牛黄。经我厂 3 个批号成品的验证,采用的鉴别方法准确,易行。

3.2 人工牛黄鉴别中采用的展开系统也可同时鉴别青黛,但不适用于青黛的薄层扫描鉴别,因为青黛斑点距前沿太近。

3.3 如果有条件可依据上述方法进行定量考察。

致谢:天津市乐仁堂制药厂王春晨。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.1985 版
- 2 卫生部药典委员会,等.中成药质量标准研究资料汇编
- 3 陈 德,等.中成药研究,1982,(8):9

(1996-08-13 收稿)

上海市清华科技函授学院中医函授面向全国常年招生

为弘扬祖国医学,培养新型专业技术人才,本院以下专业继续面向全国招生:

1、中医专业和中西医结合专业:选用全国高等院校函授教材,各科均由专家教授执教、辅导。参加高等教育中医专业自学考试及格,国家承认其大专学历。

2、性医学与不孕症专业:学习国内外性医学精华,并以我国第一部彩色性病图谱指导临床和教学,它以数百幅国内外罕见的性病图像向您展示中国半个世纪以来的精藏珍品。

3、针灸推拿骨伤专业:以其独特的疗效,成为世界热门。教材博采众家手法技巧精华,医理精深、价值极高,且图像明了,易懂易学易用。后两专业学制一年,发钢印结业证。详见简章,汇报名费 5 元即寄。来函请寄 200085 上海 085-314 信箱上海市清华科技函授学院韩宇虹收 电话:(021)58554512