

定结果^[7];二苯乙烯苷的含量则高出一般文献记载,而低于刘成基等的报道^[8];磷脂含量也低于报道^[4];金属元素含量低于支正良的结果而与卢成英等报道的基本一致^[6,9]。上述差异可能由于各人检测的药材其产地不同、采挖时期不同、或生长年限不同而使各种成分的含量产生差异。栽培何首乌中各型蒽醌、二苯乙烯苷、磷脂、金属元素的含量测定目前尚未见报道。

致谢:本文承蒙西北大学胡正海教授、西北农业大学王建华教授审阅并提出宝贵意

见,在此一并致谢!

参考文献

- 1 何丽一,等. 药学学报,1980;15(9):559
- 2 姚桂根,等. 中草药,1983;14(6):15
- 3 姚桂根,等. 药物分析杂志,1987;7(4):238
- 4 马长华,等. 中国中药杂志,1991;16(11):662
- 5 薛澄泽. 西北农学院学报,1981;(2):89
- 6 支正良,等. 中国药科大学学报,1991;22(1):33
- 7 姚桂根,等. 中成药研究,1981;22(1):33
- 8 刘成基,等. 中国中药杂志,1991;16(8):469
- 9 卢成英,等. 中国中药杂志,1994;19(5):281

(1997-06-06 收稿)

A Comparison Between the Quality of Wild and Cultivated Radix of Tuber Fleeceflower (*Polygonum multiflorum*)

Tan Yuanyou, Yu Zhanchen, Qi Yingchun, et al (Hubei National College, Enshi 445000)

Abstract The effective components, total anthraquinones (I), free anthraquinones (II), bonded anthraquinones (III), stilbenes (IV), phosphatides (V) and metal elements (VI) in both wild Radix *Polygonum multiflorum* (WRPM) and the cultivated variety (CRPM) were determined. The alcohol extracts from WRPM and CRPM were compared by TLC. The results showed that their contents of I, II, III and VI were similar to each other and so did their TLC graphs. Only the contents of IV and V in CRPM were slightly less than those in WRPM. Thus, CRPM could be used instead of WRPM in clinical practices. On the other hand, the contents of all the substances varied with the time of collection.

Key Words Radix *Polygonum multiflorum* anthraquinones stilbenes phosphatides metal elements

薄层扫描法测定凤乳通颗粒中黄芪甲苷的含量

山东省中医药研究所(济南 250014)
山东省金泰集团

刘善新* 贾元印 王永刚
刘守克

摘要 应用薄层扫描法测定了凤乳通颗粒中黄芪甲苷的含量,加样回收率为 95.6%,RSD 为 2.82%。该法可控制本制剂的质量。

关键词 凤乳通颗粒 黄芪甲苷 薄层扫描法

凤乳通颗粒是由黄芪、当归、熟地、王不留行等十多味中药组成,具有益气养血、滋阴生津、通经下乳的功效。黄芪是处方中的主要药物,所含黄芪甲苷又是该药材的主要有效

成分,因此,笔者以黄芪甲苷为指标,测定并建立了本品的含量测定方法。

1 实验材料

1.1 仪器与试药:CS-920 型薄层扫描仪,定

* Address: Liu Shanxin, Shandong Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

刘善新 1986年毕业于山东中医药大学中药系,医学学士,助理研究员。从事中药化学及中药制剂的研究。参与多项研究课题,主持一项省级课题。发表论文 20 余篇。

量细管(美国 Drummond 公司),薄层铺板仪(重庆南岸新力实验电器厂),硅胶 G(青岛海洋化工厂),黄芪甲苷(中国药品生物制品检定所提供)。所用试剂均为分析纯。

1.2 样品来源:实验用凤乳通颗粒为本课题组研制的 3 批临床用制剂,黄芪及其它药材均为我国药典正品。

2 薄层样品溶液的制备

2.1 供试液的制备:取本品约 6.0 g,精密称定,加入 10 g 氧化镁研匀后,置索氏提取器中,加甲醇 100 mL 回流提取至无色(约 4 h),放冷滤过,回收溶媒至干。残渣加饱和食盐水 40 mL 溶解,用水饱和的正丁醇萃取 4 次(30、20、15、15 mL),合并正丁醇萃取液,再用氨试液洗涤 3 次(40、30、30 mL),弃去氨试液,将正丁醇液蒸干,残渣用 5 mL 甲醇溶解,装入已处理好的中性氧化铝柱(内径约 0.9 cm,中性氧化铝 5.0 g,湿法装柱)。先以 95% 甲醇 100 mL 洗脱,弃去洗脱液,继用 40% 甲醇 50 mL 洗脱,收集该 40% 甲醇洗脱液,水浴蒸干后用甲醇溶解并定容至 2 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

2.2 黄芪药材对照液的制备:取黄芪粗粉约 2.0 g,精密称定,按供试液制备方法制成 2 mL 黄芪药材对照液。

2.3 缺黄芪空白对照液的制备:按处方比例称取除黄芪外的其它药材,按样品的制备工艺及供试品液的制备方法,制得缺黄芪空白对照液。

2.4 标准品溶液的配制:准确称取黄芪甲苷标准品 2.60 mg,用甲醇溶解并定容至 2 mL,备用。

3 薄层色谱条件的选择

层析板:0.1% CMC-Na 硅胶 G 板(20 cm × 20 cm × 0.4 mm),105 °C 活化 30 min 后置干燥器内备用。展开剂:氯仿-甲醇-水(30:10:1),层析温度 25 °C ~ 30 °C。显色剂:10% 硫酸乙醇喷雾,电吹风加热至斑点清晰。经多种色谱条件的筛选发现,样品和黄芪药材在上述薄层条件下能得到很好的分离;

层析斑点圆而清晰。黄芪甲苷 $R_f = 0.44$,缺黄芪空白对照液在与黄芪甲苷相对应的位置上无对应的斑点(图 1)。

4 样品的含量测定

4.1 测定条件:对层析后的样品及标准品在 400 nm ~ 630 nm 范围内扫描,二者在 510 nm 处均有最大吸收,因此测定波长 $\lambda = 510$ nm,狭缝 1.2 mm × 1.2

mm,线性化参数 $S_x = 3$,单波长双光束反射法锯齿扫描。

4.2 空白干扰试验:精密吸取制备的样品、标准品、空白对照液各 5 μ L,点于同一薄层板上,按选择的色谱和测定条件绘制吸收曲线(图 2)。结果表明空白基本无干扰。

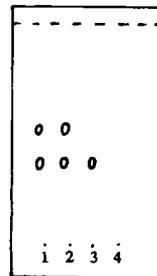


图 1 凤乳通中黄芪甲苷 TLC 图

- 1-供试品
- 2-黄芪药材
- 3-黄芪甲苷
- 4-空白

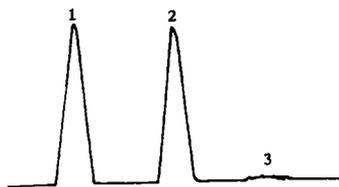


图 2 空白干扰吸收曲线

- 1-黄芪甲苷
- 2-供试品
- 3-空白

4.3 线性关系考察:准确吸取黄芪甲苷标准品溶液 0.5、1、2、3、4、5 μ L 点于同一薄层板上,按选定的色谱条件展开后,置薄层扫描仪上测定峰面积积分值,对所得数据进行处理得回归方程为 $Y = 363.0053X - 33.9260$,相关系数 $r = 0.9993$ 。结果表明,黄芪甲苷点样量在 0.65 μ g ~ 6.50 μ g 范围内与峰面积积分值呈良好线性关系。

4.4 精密度试验

4.4.1 同板精密度试验:精密吸取供试品液 5 μ L,在同一薄层板上点 6 个相同量的点,依法测定各斑点峰面积积分值,结果 $RSD = 0.82\%$ 。

4.4.2 异板间精密度试验:精密吸取同批样

品液 5 μL , 分别点于 5 块层析板上, 依法测定峰面积积分值, 结果 $\text{RSD}=1.99\%$ 。

4.5 稳定性试验: 将层析后的黄芪甲苷样品测定峰面积积分值, 每隔 15 min 测一次, 连续测 7 次, $\text{RSD}=1.14\%$, 结果表明色斑在 1.5 h 内稳定性良好。

4.6 重复性试验: 取同一批样品 (970226) 6.0 g, 平行称取 6 份, 精密称定, 按样品供试液制备方法制备试液, 依法点样测定并计算黄芪甲苷的含量, 结果 $\text{RSD}=3.01\%$ ($n=6$)。

4.7 回收率试验: 称取已知含量的同批 (970226) 样品约 3.0 g, 精密称定, 平行称 5 份, 各加入黄芪甲苷标准品 0.39 mg, 按供试液制备方法制备回收率试验液, 依法测定回收率试验液中黄芪甲苷的含量, 计算回收率为 95.6%, $\text{RSD}=2.82\%$ 。

4.8 样品含量测定: 精密吸取供试液和黄芪样品液各 5 μL , 分别点于同一薄层板上, 每个样品点 5 个相同量的点, 并随行一定量的黄芪甲苷标准品液 (2.4 μL), 依法展开, 外标二点法测定样品及药材中黄芪甲苷的含量,

结果见表 1。

表 1 黄芪甲苷的含量测定结果

批号	含量 (mg/g)	RSD% ($n=3$)
970226	0.133	1.50
970308	0.113	2.65
970315	0.165	3.03
黄芪	0.480	1.90

5 小结和讨论

5.1 测定黄芪药材及制剂中黄芪甲苷含量的方法报道较多^[1~6], 且样品的提取纯化多采用碱洗或大孔树脂吸附去杂。笔者采用氧化镁吸附、中性氧化铝柱去杂, 获得了较好的效果, 方法简便、准确、重现性好, 可供黄芪药材及其制剂中黄芪甲苷含量测定的参考。

5.2 实验中曾用二次氧化镁吸附去杂, 但结果不佳。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典. 一部. 1995: 271
- 2 王兰霞, 等. 中成药, 1992; 14(11): 16
- 3 鲁静, 等. 中成药, 1992; 14(6): 34
- 4 李玲, 等. 中成药, 1993; 15(6): 10
- 5 苏健, 等. 中药新药与临床药理, 1994; 5(1): 39
- 6 徐丽华, 等. 中草药, 1996; 27(2): 86

(1997-07-02 收稿)

Quantitative Determination of Astragaloside A in Fengrutong Granule by TLC Scanner

Liu Shanxin, Liu Shouke, Jia Yuanyin, et al (Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan 250014)

Abstract Astragaloside A in Fengrutong Granule was determined quantitatively by TLC scanner. The average recovery was 95.6%, coefficient of variation was 2.82%. The method is suitable for the quality control of Fengrutong Granule.

Key Words astragaloside A Fengrutong granule TLC scanner

1998 年《中文科技资料目录——中草药》征订启事

《中文科技资料目录——中草药》系全国科技情报检索体系的期刊, 由国家医药管理局天津药物研究院主办、中草药信息中心站出版。本刊是检索中草药技术文献的必备工具书, 刊载信息量大, 报道迅速, 编排严谨, 查找方便, 曾获全国科技文献检索刊物评比一等奖、国家医药管理局全国医药情报成果二等奖, 1995 年被评估为天津市一级期刊。本刊为 16 开本, 季刊, 国内统一刊号: CN12-1107。每册定价 15 元, 全年另加邮寄费 10 元, 全年共计 85 元 (包括年度主题索引)。编辑部自办发行, 欢迎订阅。银行信汇、邮局汇款均可。

编辑部地址: 天津市南开区鞍山西道 308 号, 国家医药管理局天津药物研究院内, 邮政编码: 300193
电话: (022) 27381328