

min,以尽可能除去板中的氨,否则在喷显色剂后易发生褪色现象,导致显色不稳定,影响测定。

4.4 展开剂应临用时配制,展开前应饱和展开缸约 30 min,并应在缸壁贴滤纸,以使展开缸较快饱和,并减少边缘效应,使得展开较平,斑点圆整。

参考文献

- 1 陈勇,甄汉深,石勇新,等. 中成药, 1998, 20(7): 13
- 2 张斌,王丽娜,肖延斌,等. 中国实验方剂学杂志, 1998, 4(2): 38
- 3 刘丛威,刘文英,盛龙生,等. 中草药, 1993, 24(8): 405
- 4 许家鸾,王京霞. 中国现代应用药学, 1998, 15(5): 56

(1999-08-17收稿)

益肾养肝合剂质量标准研究

天津中医学院第一附属医院(300193) 李翠华* 郭伟 阎雪梅

摘要 目的:建立益肾养肝合剂的质量控制方法。方法:用薄层色谱法对该制剂中黄芪、山茱萸进行了定性鉴别,用双波长薄层扫描法测定了黄芪甲苷的含量。结果:黄芪甲苷在范围为 1.013~7.091 μ g 内具有良好的线性关系($r=0.9996$)。结论:本方法简便、可靠,可作为该制剂的质量控制方法。

关键词 益肾养肝合剂 薄层扫描法 黄芪甲苷

益肾养肝合剂是由我院著名的中医专家石学敏院士经过多年的临床经验研制的一种新的中药制剂。该制剂是由黄芪、山茱萸等多味中药组成,具有补气、健脾、益肾养肝、强筋健骨之功效。为控制该产品的质量,我们采用双波长薄层扫描法对该制剂中的主要有效成分黄芪甲苷进行了含量测定。采用薄层色谱法对该制剂中黄芪、山茱萸进行了定性鉴别。

1 仪器与试剂

CS-9000型薄层扫描仪(日本岛津)。

黄芪甲苷、熊果酸对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶 G 硅胶 H(青岛海洋化工厂);所用试剂均为 AR 级。

2 定性鉴别

2.1 黄芪的鉴别:取本品 20 mL,照含量测定供试品溶液制备方法制备供试品溶液,另取缺黄芪的模拟制剂同法制备,作为阴性对照液。精密称取黄芪甲苷对照品 10.13 mg,用甲醇溶解并定容至 10 mL 容量瓶中,制成 1 mL 含 1.013 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述溶液各 4 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(30:10:1)为展开剂,展开,取出晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 烘约 7 min,日光或置紫外光灯(365 nm)下检视:供试品色谱中在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点或荧光斑点,阴性对照无干扰,见图 1-A。

2.2 山茱萸的鉴别:取本品 20 mL,置水浴上蒸干,残渣加无水乙醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液,另取熊果酸对照品,加无水乙醇制成 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液;再取缺味配制的模拟制剂,同法制备,作为阴性对照溶液。吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10 μ L,熊果酸对照品溶液 1 μ L,分别点于同一硅胶 H 板上,以环己烷-氯仿-乙酸乙酯(8:2:6)为展开剂,展开,取出、晾干,喷以 1% 香草醛乙醇溶液,于 105 $^{\circ}$ C 烘至斑点显色,日光下检视:供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上显一个相同的粉红色斑点,阴性对照无干扰,见图 1-B。

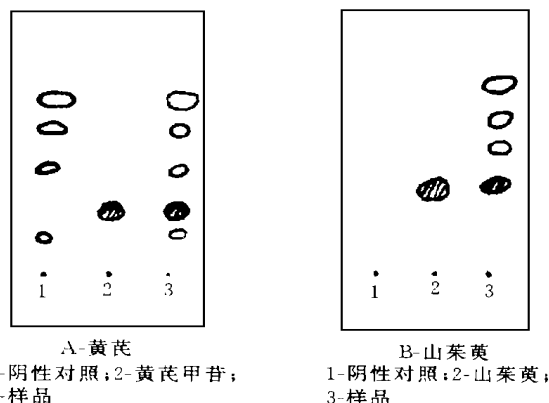


图 1 样品 TLC 图

3 黄芪甲苷含量测定

* Address Li Cuihua, First Affiliated Hospital, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin

3.1 色谱条件:硅胶 G薄层板, 105℃活化 1 h置干燥器内备用;展开剂:氯仿-甲醇-水(30∶10∶1), λ_S= 530 nm, λ_R= 700 nm, S_X= 3,狭缝 1.2 mm×1.2 mm,双波长反射法锯齿扫描

3.2 供试品溶液及对照品溶液的制备:取本品 20 mL,用石油醚(30℃~ 60℃)提取 3次(20, 20, 20 mL),合并正丁醇提取液,回收正丁醇,水浴蒸干,残渣加水 5 mL使溶解,放冷,通过 D₁₀₁型大孔吸附树脂柱(内径 1.5 cm,长 17 cm),以水 100 mL洗脱,弃去水液,用 30%乙醇 60 mL洗脱,弃去洗脱液,再用 70%乙醇 80 mL洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣用甲醇 2 mL溶解,作为供试品溶液 精密称取黄芪甲苷对照品 10.13 mg,用甲醇溶解定容至 10 mL容量瓶中,制成 1 mL含 1.013 mg的溶液,作为对照品溶液

3.3 线性关系考察:精密吸取黄芪甲苷对照品溶液(1.013 mg/mL),在同一薄层板上分别点 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 μL,照黄芪鉴别条件展开,显色后,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,扫描测定,以点样量为横坐标,以峰面积积分值为纵坐标绘制标准曲线,计算回归方程为:

$A = 5\,379.62 + 1\,889.32 X, r = 0.999\,6 (n = 3)$,黄芪甲苷在 1.013~ 7.091 μg范围内具有良好的线性 因线性方程不过原点,故采用外标两点法测定

3.4 样品测定:分别精密称取对照品溶液 2 μL和 4 μL,供试品溶液 4 μL,分别点于同一硅胶 G薄板上,按上述条件展开和测定,测定 5批样品的含量,

结果见表 1

表 1 样品含量测定结果 (n= 5)

批号	黄芪甲苷含量 (%)	RSD (%)
1	0.08	3.07
2	0.096	3.45
3	0.085	2.83
4	0.098	2.76
5	0.092	2.97

4 讨论

4.1 采用薄层色谱法对益肾养肝合剂中的黄芪、山茱萸进行了鉴别及含量测定,在鉴别中均制备相应的缺味阴性对照液,结果:阴性对照液色谱在与对照品色谱相应的位置上无斑点,说明本法具有专属性。对照品熊果酸的点样量不宜过大,小于 2 μL即可,否则有明显的拖尾现象

4.2 黄芪甲苷含量测定前,对样品进行前处理,并通过 D₁₀₁大孔树脂柱,柱长较一般文献值偏高(17 cm),以增加对样品有色杂质的吸附作用,排除干扰 用 30%乙醇液洗脱,将洗脱液同供试品液,经薄层鉴别:其结果 30%洗脱液黄芪甲苷呈阴性

4.3 本文方法简便,重现性好,可作为益肾养肝合剂的质控指标

参 考 文 献

1 叶丽华.中国现代应用药学,1998,15(6): 24

2 鲁 静.中成药,1992,14(6): 34

3 石 娟.中国现代应用药学,1999,16(2): 44

4 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究.北京:中国医药科技出版社,1994 289

(1999-12-30收稿)

薄层扫描法测定远志中远志皂苷元的含量[△]

成都中医药大学药学院(610075) 刘友平* 万德光 黄 荣 杨军宣

摘 要 为研究远志中远志皂苷元的含量测定法,采用薄层扫描法进行测定。结果:远志皂苷元在 1~ 5 μg之间线性关系良好,相关系数 $r = 0.998\,4$,回收率为 100.93%,测定的 $RSD = 3.14\% (n = 5)$ 。本法简便、准确、灵敏、重现性好,可用于远志及制剂的质量控制

关键词 远志 远志皂苷元 薄层扫描法

远志具有安神益智,祛痰,消肿之功,为一常用中药 关于远志质量标准《中华人民共和国药典》1995年版一部规定其来源为远志科植物远志 *Polygala tenuifolia* Willd. 或卵叶远志 *P. sibirica* L. 的干燥根,对药材性状、横切面显微组织结构作了描述,检查项进行了粉末热水浸提液泡沫试验,规

* Address: Liu Yaoping, College of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Chengdu

刘友平 女,博士,副研究员,硕士生导师。现在太极集团博士后工作站从事博士后研究工作。主要研究方向:中药质量标准化及中药新药研究。先后承担国家自然科学基金项目、“九·五”攻关项目、国家新药基金项目、国家中医药管理局青年基金项目及省级科研项目 24项。获四川省科技进步三等奖 2项,发表科研论文 20余篇,参与编写著作 2部。

[△]国家“九·五”攻关课题第 95-903-02-04