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), $\lambda_s = 530 \text{ nm}$, $\lambda_R = 700 \text{ nm}$, $S_X = 3$, 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, 以峰面积积分为纵坐标绘制标准曲线, 计算回归方程为:

$A = 5379.62 + 1889.32 X$, $r = 0.9996$ ($n = 3$), 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. 中国现代应用药理学, 1998, 15(6): 24
- 2 鲁静. 中成药, 1992, 14(6): 34
- 3 石娟. 中国现代应用药理学, 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 $r = 0.9984$, 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

定了总灰分限量^①。显然,以此作为标准难以客观评价远志的内在质量,缺乏含量测定标准。本课题组对远志的质量标准进行了较为全面的研究。据文献报道,远志皂苷为镇静、祛痰的有效部位^②,我们进行的药效学研究结果与此一致,故我们对远志皂苷进行了提取,从中分离鉴定了远志皂苷元,分离及鉴定结果另文报道。本文报道以远志皂苷元为对照品,采用薄层扫描法对远志进行含量测定研究结果。

1 仪器与材料

1.1 仪器:CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津);PBQ-型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);定量点样毛细管(美国 Drummond);BP211D 电子分析天平(德国 Sartorius)。

1.2 材料:远志由作者采集或购自不同产地,均经本校药用植物教研室万德光教授鉴定,见表 1;远志皂苷元对照品,由作者自远志 *P. tenuifolia* Willd. 中分离,经光谱鉴定;薄层层析硅胶 G60 型(青岛海洋化工集团公司);所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品的纯度检查:按质量标准用对照品研究的技术要求^③,对远志皂苷元的纯度进行了检查,方法为取每 1 mL 含 1 mg 的对照品 100 μ L,点于硅胶 G 薄层板上,按 2.4 项下方法展开、显色,结果,除远志皂苷元斑点外,无其它斑点检出,该对照品符合含量测定要求。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取远志皂苷元对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 样品溶液的制备:取远志药材粗粉 2.5 g,精密称定,置索氏提取器中,以乙醚提取 2 h,取出滤纸筒,挥尽乙醚,再置索氏提取器中,甲醇 40 mL 冷浸过夜,再加甲醇适量,回流 4 h,将提取液浓缩至干,残渣加 10% 盐酸 50 mL,置沸水浴中回流水解 2 h,放冷,滤过,沉淀以蒸馏水洗至中性,将沉淀以甲醇溶解并转移至 50 mL 容量瓶中,漏斗及烧瓶以少量甲醇洗涤数次并入容量瓶,用甲醇定容至刻度备用。

2.4 薄层色谱条件:薄层板的制备:取硅胶 G,加 3 倍量 0.5% CMC-Na 水溶液,搅拌均匀后涂布于 20 cm $\times$ 20 cm 的玻璃板上,厚度为 0.5 mm,室温晾干,于 105 $^{\circ}$ C 烘箱中活化 1 h,置干燥器中保存备用。展开剂:氯仿-丙酮-正己烷-乙酸(9 3 0.3 0.5)。展开方式:上行展开,展距 10 cm。显色剂:8% 香草醛无水乙醇溶液与硫酸乙醇液(7 10)按 1 10 的比例配制而成。喷湿润,100 $^{\circ}$ C ~ 105 $^{\circ}$ C 烘至斑

点显色清晰,远志皂苷元呈紫罗兰色,Rf 值约为 0.55。

2.5 薄层扫描条件:采用反射法双波长锯齿扫描法,光束狭缝 1.2 mm $\times$ 1.2 mm,线性参数 $S_x = 3$,灵敏度中等,最小峰宽 0,最小峰面积为 500,测定波长 $\lambda_s = 570$ nm,参比波长 $\lambda_R = 700$ nm。

2.6 标准曲线的制备:精密吸取对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件展开显色,薄层扫描条件测定各斑点峰面积积分值。以对照品量(μ g)为横坐标,斑点峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,求得远志皂苷元的回归方程 $Y = 20\ 687.062X - 9\ 913.162$, $r = 0.998\ 4$ 。远志皂苷元在 1.0 ~ 5.0 μ g 范围内,点样量与峰面积积分值呈良好的线性关系,因标准曲线为一不通过原点的直线,故用外标两点法计算所测样品含量。

2.7 稳定性试验:精密吸取对照品溶液 2.0, 4.0 μ L,供试品溶液 2.0, 4.0 μ L,交叉点于同一硅胶 G 板上,按前述条件展开,显色,0, 30, 60 min 扫描测定,计算样品中远志皂苷元含量为 0.7719%, $RSD = 1.82\%$ ($n = 3$)。样品显色后 1 h 内测定,含量稳定。

2.8 精密度试验:仪器的精密度试验:对薄层板上同一斑点连续测定 5 次,其峰面积积分值的平均值为 39 155.64, RSD 为 1.75%。

同板精密度试验:精密吸取同一样品供试液 4.0 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,共点 5 个点,展开,显色,扫描测定,其峰面积积分值的平均值为 108 902.62, RSD 为 0.62%

异板精密度试验:精密吸取同一样品供试液 2.0, 4.0 μ L,对照品溶液 2.0, 4.0 μ L 交叉点于硅胶 G 薄层板上,共点 5 张薄层板,展开,显色,扫描测定,计算样品中远志皂苷元含量,结果平均含量 1.1022%, $RSD = 4.65\%$ ($n = 5$)。

2.9 加样回收率试验:取已知含量的远志药材(含量为 0.84%) 0.5 g,精密称定,精密加入远志皂苷对照品溶液 6.0 mL(浓度为 0.08 mg/mL),按 2.3 项下方法制备样品溶液,酸水解后沉淀定容于 10 mL 容量瓶中,供测定,结果平均回收率为 100.93%, $RSD = 3.14\%$ ($n = 5$)。

2.10 样品的含量测定:精密吸取各样品溶液 2.0, 4.0 μ L,对照品溶液 2.0, 4.0 μ L,交叉点于同一硅胶 G 板上,展开,显色,扫描测定,计算各样品中远志皂苷元的含量,含量均以干燥品计,共测定了 10

个不同产地样品中远志皂苷元的含量, 结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

样号	产地	品 种	含量($n=3$) (%)	RSD(%)
1	陕西合阳	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.72	2.07
2	陕西咸阳	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.98	2.64
3	陕西蒲城	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.94	3.15
4	甘肃东乡	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.57	2.97
5	甘肃民和	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.67	3.45
6	山西忻州	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.84	3.89
7	山东	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.59	4.03
8	河北安国	<i>P. tenuifolia</i> Willd.	0.65	3.27
9	四川茂县	<i>P. sibirica</i> L.	0.62	3.15
10	甘肃临夏	<i>P. sibirica</i> L.	0.52	2.94

3 讨论

3.1 以远志皂苷元为对照品, 采用薄层扫描法测定了 10 个不同产地药材样品中远志皂苷元的含量, 方法准确, 简便, 灵敏, 重现性好, 可作为远志及其制剂的质量控制标准。

3.2 样品溶液制备时, 生药必须先以乙醚脱脂除去杂质, 才能符合测定要求, 否则由于脂溶性杂质干扰, 影响测定结果。对生药的提取方法亦进行了考察, 结果表明采用索氏连续提取较热回流和超声提取法完全, 故对样品采用索氏提取。

3.3 所用显色剂为香草醛硫酸乙醇试液, 对远志皂苷元显色专一性强, 但该试液不稳定, 应临用新配, 避光低温保存, 曾试用 10% 硫酸乙醇溶液作显色剂, 但斑点显色后极不稳定且有背景干扰, 故未采用。

参 考 文 献

- 1 中华人民共和国药典. 1995 年版一部. 广州: 广东科技出版社, 化学工业出版社, 1995: 132
- 2 徐国钧. 常用中药材品种整理和质量研究. 南方协作组. 第一册. 福州: 福建科学技术出版社, 1994: 344
- 3 中华人民共和国卫生部药政管理局. 中药新药研究指南(药理学 毒理学). 39

(1999-02-10 收稿)

ZTC 1+ 1 天然澄清剂在化积膜制备工艺中的应用

北京市中医研究所(100010) 曾祖平* 何 薇 穆树仁

摘 要 向化积膜提取液中加入不同量的 ZTC 1+ 1 澄清剂, 鉴别了上清液的主要成分当归、黄柏, 测定了上清液中大黄酸的含量, 并与醇沉工艺和未处理的药液进行了比较, 筛选出最佳工艺。

关键词 ZTC 1+ 1 澄清剂 薄层层析 大黄酸 含量测定

化积膜是由黑膏药剂改成的中药复方涂膜剂。在工艺研究时, 分别用不同量的 ZTC 1+ 1 澄清剂和乙醇对化积膜群药水煎液进行沉淀处理。采用薄层层析法检识了上清液中的有效成分阿魏酸等, 采用薄层扫描法测定了上清液中大黄酸的含量, 确定了最佳工艺。

1 仪器与试药

LD5-2A 离心机(北京医用离心机厂), UV-1 型三用紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂), CS-9000 薄层扫描仪(日本岛津)。

ZTC- 型澄清剂 A 和 B(北京正天成澄清技术有限公司), 化积膜群药液(自制, 水煎后浓缩至相对密度为 1.01, 60 测), 盐酸小檗碱、盐酸巴马汀、阿魏酸、大黄酸对照品(中国药品生物制品检定所), 硅胶 G、硅胶 H(青岛海洋化工厂), 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 澄清剂的配制: A 组份用水配成 1% 溶液, 先用少量水搅成糊状, 然后加入需要的水量, 溶胀 24 h, 搅拌, 双层纱布过滤, 即得。B 组份用 1% 醋酸配成 1% 溶液, 先用少量 1% 醋酸溶解 B 组份并搅成糊状, 再加入需要量的 1% 醋酸, 溶胀 24 h, 双层纱布过滤, 即得。

2.2 样品制备: 精密吸取化积膜群药液 25 mL 共 12 份, 其中 8 份在 70 水浴 5 min 后, 振摇下分别加入药液体积 2%, 4%, 6%, 8% 的 B 组分, 保温 2 h 后振摇下再分别加入药液体积 1%, 2%, 3%, 4% 的 A 组分, 离开水浴, 静置过夜后离心(4 000 r/min, 20 min), 倾出上清液, 得样品 1, 2, 3, 4 各两份。

另两份化积膜群药液直接离心(条件同上), 分取上清液, 得样品 5 两份。

剩余两分化积膜群药液分别加入 95% 乙醇使

* Address: Zeng Zuping, Beijing Institute of Traditional Chinese Medicine, Beijing