

# 高效薄层色谱扫描法测定玉泉丸中葛根素的含量

陕西师范大学化学系 (西安 710062)

张尊听 刘谦光 库尔班江\*

玉泉丸的处方来源于清·叶天士《种福堂公选良方》玉泉散,由葛根、天花粉、地黄等 5 味中药组成,具有生津止渴,清热除烦,养阴滋肾,益气和中之功能,主治消渴糖尿病,肺胃肾亏损热病后期症等<sup>[1]</sup>。处方中的葛根主要来源于豆科植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd) Ohwi 或粉葛 *P. thomsonii* Benth 的根,主要有效成分为葛根素 (puerarin)、大豆苷 (daidzin) 和大豆苷元 (daidzein) 等异黄酮类化合物<sup>[2]</sup>。关于玉泉丸中的有效成分测定未见报道,我们采用高效硅胶 G 薄层色谱双波长扫描法对玉泉丸主要有效成分葛根素的含量进行测定,方法快速简便,稳定性和重现性好,板间误差小,回收率高。

## 1 仪器与材料

1.1 仪器:日本岛津 CS-9000 型双波长扫描仪;定量点样毛细管 (Drummond Scientific Cop USA)

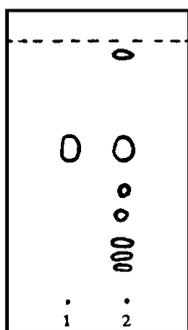
1.2 材料:葛根素对照品购自中国药品生物制品检定所;硅胶 G 高效预制板 (100 mm×100 mm) 由青岛海洋化工厂分厂生产;玉泉丸,成都中药厂生产 [批准文号:川卫准字 (1981) 第 001432 号,批号:970819-51] 所用试剂均为分析纯

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层与扫描条件

2.1.1 展开条件:乙酸乙酯-丙酮-水-甲苯 (6.5:4.5:1.2:0.7) 为展开剂,展开,展距 8 cm,在 365 nm 紫外灯观察斑点的位置,其  $R_f = 0.51$ ,展开结果见图 1

2.1.2 扫描条件:锯齿反射扫描,  $\lambda_s = 270$  nm,  $\lambda_R = 370$  nm,  $S_x = 3$ ,灵敏度:中,狭缝 1.0 mm × 1.0 mm



1-标准品 2-样品

图 1 样品 TLC 图

### 2.2 溶液的配制

2.2.1 标准溶液配制:配制葛根素对照品 0.215 mg/mL 的甲醇溶液。

2.2 样品溶液的配制:称取研成细粉的玉泉丸样品

3.010 5 g 置于索氏提取器中,加甲醇适量提取至溶液无色 (近 6 h),浓缩至 10 mL,移至 25 mL 容量瓶,加入甲醇稀释至刻度备用。

2.3 标准曲线的绘制:精密吸取葛根素的标准溶液 (0.215 mg/mL) 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8  $\mu$ L 点于同一块硅胶 G 高效薄层板上,以展开系统展开,展距 8 cm,取出,晾干,按扫描条件扫描,根据标准品的点样量及吸收峰面积进行线性回归,回归方程为  $Y = 45.651X + 13.789$ ,  $r = 0.9998$ ,结果表明:葛根素的点样量在 0.215~1.720  $\mu$ g 范围内呈良好的线性关系。

2.4 精密性:精密吸取葛根素的标准溶液 1  $\mu$ L 点于同一块板上 5 个点,展开,扫描,得峰面积为  $Y = 22.926.616$ ,  $RSD$  为 0.56% ( $n = 5$ )

2.5 稳定性:精密吸取葛根素标准溶液 2  $\mu$ L,点于同一块薄层板上,展开,晾干,每隔 1 h 扫描一次,结果表明:葛根素斑点的峰面积在 5 h 内稳定。

2.6 重现性:分别精密吸取葛根素标准溶液 3  $\mu$ L,点于 5 块薄层板上,展开,晾干,扫描,平均峰面积为 43.164.375,  $RSD$  为 0.580% ( $n = 5$ )

2.7 样品含量测定:精密吸取样品液 2  $\mu$ L,分别点于同一块板上 5 个点,随行点标准溶液 1  $\mu$ L 按展开条件展开,晾干,检视,扫描,测定,计算样品中葛根素含量,结果见表 1

表 1 样品中葛根素含量

序号	1	2	3	4	5	平均	RSD
峰面积	27.947	27.640	28.073	27.542	28.136		
含量 (%)	0.129	0.126	0.130	0.125	0.131	0.128	0.98

2.8 加样回收率的测定:精密称取样品内容物 5 份 (每份含一丸),加标准溶液 1 mL,按样品溶液的制备法处理,精密吸取 1  $\mu$ L,点于同一板上 5 个点,展开,晾干,扫描,测定,回收率为 99.8%,  $RSD = 1.3%$  ( $n = 5$ )

## 3 讨论

3.1 经高效薄层色谱展开体系的反复摸索,采取本文展开体系时能使玉泉丸中葛根素斑点与上下其它成分斑点距离较远,清晰,圆整,无拖尾,展开重现性和分离效果均好,对于采用高效硅胶 G 薄层可以展

\* 现在新疆伊犁师范学院化学系工作

开的葛根制剂,亦可采用本法测定

3.2 本文采用硅胶 G 高效薄层双波长扫描法对玉泉丸中葛根素进行了含量的测定,方法快速简便,稳定性和重现性好,板间误差小,回收率高,为该中成药的质量分析和控制提供方便可靠的依据和方法

## 参考文献

- 1 陈馥馨主编.新编中成药手册.北京:中国医药科技出版社,1992:185
- 2 徐礼,刘爱茹,张香琴,等.药学报,1987,22(3):208  
(1999-07-05收稿)

# HPLC法则定小儿宣肺止咳颗粒剂中大黄素的含量

天津市儿童医院药剂科(300074)

天津市南开医院药剂科

天津市力生制药厂

于和

李立程

肖文惠 史欣 唐世煜

小儿宣肺止咳颗粒是由前胡、薄荷、鱼腥草和大黄等 11 味中药组成的复方制剂,具有宣肺清热、化痰止咳的功效,在临床上用于治疗小儿肺热咳嗽,上呼吸道感染及支气管所致的咳嗽不爽、痰黄粘稠、面赤唇红和大便干燥等症。我们建立了 HPLC 法测定其中有效成分大黄素的含量,结果准确,可靠,操作简便,可用于该产品的质量的控制。

## 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪 美国 Waters 515 型泵, 7725 I 型手动进样器, 486 型紫外检测器, PC800 数据处理软件; 大黄素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 9608), 试剂为分析纯, 水为重蒸馏水。

小儿宣肺止咳颗粒, 由天津市力生制药厂生产, 批号: 9608001, 9608002, 9608003

## 2 色谱条件

色谱柱: 十八烷基硅烷键合硅胶, 流动相: 甲醇-0.1% 高氯酸 (80: 20), 流速: 1.2 mL/min, 检测波长 254 nm, 柱温: 室温

## 3 溶液配制

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取大黄素对照品约 5 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理使溶解, 并用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 3 mL 置 10 mL 量瓶中加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3.2 供试品溶液的制备: 取小儿宣肺止咳颗粒约 5 g, 精密称定, 加水 20 mL, 盐酸 1 mL, 置水浴中, 加热 1 h, 放冷, 加氯仿 80 mL 回流 3 h, 用脱脂棉滤过, 滤液置分液漏斗中, 分取氯仿层, 再用氯仿 20 mL 洗涤容器和残渣, 合并洗液与滤液, 用水洗 3 次, 每次 20 mL, 弃去水洗液, 取氯仿溶液置蒸发皿中, 用少量氯仿洗涤容器, 并入蒸发皿中, 蒸干, 残渣物用适量甲醇溶解并移入 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀

释至刻度, 摇匀, 即得。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 20  $\mu$  L, 注入液相色谱仪, 测定, 计算, 即得。本品每 1 g 含大黄素应不低于 0.052 mg

## 4 实验方法与结果

4.1 线性关系的测定及标准曲线的绘制: 精密量取大黄素对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0 mL 分别置于 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 各取 20  $\mu$  L 进样, 测试, 以对照品的峰高为纵坐标, 对照品溶液的浓度 (mg/mL) 为横坐标, 绘制标准曲线。得回方程为:  $Y = 6.4 - 4.6 \times 10^4 X$ ,  $r = 0.9999$ , 在浓度 0.004~0.036 mg/mL 范围内线性关系良好。

4.2 回收率试验: 试验采用加样回收法: 精密称取已知大黄素含量的供试品约 5 g, 精密加入大黄素对照品适量, 照供试品溶液的制备方法制备样品溶液, 精密吸取 20  $\mu$  L 进样, 测试, 测得大黄素的平均回收率为 101.18%;  $RSD = 3.38%$  ( $n = 5$ )。

4.3 空白试验与供试品含量测定: 取不含大黄素的空白样品适量, 精密称定, 按“供试品溶液的制备”项下操作, 精密吸取 20  $\mu$  L 进样测试, 结果表明: 空白样品在大黄素出峰处无干扰峰, 且流动相溶剂(甲醇)对大黄素峰无干扰。

取 3 个批号 (9608001 9608002 9608003) 的小儿宣肺止咳颗粒约 5 g, 精密称定, 照“供试品溶液制备”项下操作, 分别精密吸取 20  $\mu$  L, 测定, 结果见表 1。

4.4 精密度与稳定性试验: 照含量测定方法, 对同一供试品溶液进行多次测定 ( $n = 6$ ), 考察其精密度  $RSD = 0.011%$ ; 对同一供试品每小时测定一次, 在 8 h 内含量测定结果稳定。