

- 1 贺圣文, 刘同美, 尤敏. 中草药, 1997, 28(4): 221
 2 贺圣文, 刘同美, 赵宏仁. 中草药, 1997, 28(5): 285
 3 徐礼葵, 沙世炎, 曾纪琰, 等. 中草药有效成分分析法(下册). 北

京: 人民卫生出版社, 1984: 70

(1999-10-08 收稿)

薄层扫描法测定益肾抗衰片中黄芪甲苷的含量

河南省药品检验所(郑州 450003) 宋汉敏
 许昌市药品检验所 汪建生

益肾抗衰片系由人参、黄芪、淫羊藿、山楂等 8 味中药制成的片剂, 具有补气养血、益肾填精之功效, 适用于气血虚损诸症。其中黄芪所含的黄芪甲苷为其主要活性成分。我们应用薄层色谱扫描法测定益肾抗衰片中黄芪甲苷的含量。

1 仪器与试药

CAMAG 型薄层色谱扫描仪, 定量毛细管, CAMAG 自动薄层铺板仪, 硅胶 G (青岛海洋化工厂), 硅胶 G 薄层板(厚 300 μm), 黄芪甲苷对照品与人参皂苷对照品(中国药品生物制品鉴定所), 益肾抗衰片(河南省信阳大别山制药厂), 试剂均为分析纯。

2 实验条件的选择

2.1 展开剂的选择: 实验了不同展开条件进行薄层色谱分离, 结果以氯仿-醋酸乙酸-甲醇-水(15 40 22 10) 10 以下放置过夜的下层溶液为展开剂, 展开 10 cm, 再以氯仿-甲醇-水(65 35 10) 10 以下放置过夜的下层溶液展开 15 cm, 薄层中黄芪甲苷与人参皂苷 R_{b1} 、 R_e 和 R_{g1} 完全分离, R_f 值差值 > 0.1 , 重现性好。

2.2 测定波长的选择: 取供试液、对照液及阴性对照液各 2 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述选定的色谱条件展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘约数分钟, 至斑点显色清晰, 取出, 在薄层板上覆盖一同样大小的玻璃板, 周围用胶布密封。在 400 ~ 800 nm 波长范围内进行光谱扫描, 结果供试品溶液与对照品溶液在 510 nm 波长均有最大吸收, 阴性对照溶液在此波长处则无吸收。

2.3 稳定性试验: 取供试液, 按上述条件薄层分离, 显色, 并分别于 0, 0.5, 1, 2, 3 h 测定斑点吸光度的积分值, 结果 3 h 内稳定, $RSD = 2.0\%$ 。

2.4 线性关系试验: 精密梯度吸取对照液(黄芪甲苷 0.2 mg/mL) 点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法操作, 测定斑点吸光度积分值, 绘制标准曲线, 回归方

程为 $Y = 19\,998.6X + 278.5$, $r = 0.9995$ ($n = 3$)。结果表明, 黄芪甲苷点样量在 0.4 ~ 2 μg 呈良好的线性关系, 不经过原点, 采用外标二点法进行薄层扫描测定。

2.5 精密度试验: 供试液在同一硅胶 G 薄层板上点 6 个等量的点, 依法展开, 显色, 扫描, 测定斑点吸光度积分值, $RSD = 1.1\%$ 。

2.6 重现性试验: 同一样品, 照测定方法项下测定 6 次, 黄芪甲含量为 0.221 毫克/片, $RSD = 2.6\%$ 。

2.7 加样回收试验: 6 次测定的平均回收率为 99.98%, RSD 为 2.2%。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取 105 干燥至恒重的黄芪甲苷对照品 10 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量使溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得(黄芪甲苷 0.2 mg/mL)。

3.2 供试品溶液的制备: 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于黄芪甲苷 2 mg), 置索氏提取器中, 加氯仿加热回流 1 h, 挥干溶剂, 再加甲醇加热回流 2 h, 提取液回收甲醇至干, 残渣加水 30 mL 使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇溶液, 用氨试液洗涤 2 次, 每次 20 mL, 取正丁醇溶液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇适量使溶解, 并定容于 10 mL 量瓶中, 摇匀, 即得。

3.3 测定法: 分别吸取对照品溶液 2, 4 μL , 供试品溶液 4 μL , 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 以上述薄层条件展开、显色, 在波长 510 nm 测定供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值, 计算, 即得。3 批样品的测定结果(毫克/片)分别为 0.218 (980421), 0.221 (980422), 0.226 (980423)。

4 讨论

本文建立了黄芪甲苷与人参皂苷 R_{b1} 、 R_e 和 R_{g1} 的色谱分离条件, 得到完全分离, 其 R_f 差值均大于 0.1。该法对于处方含有人参与黄芪药味的中

药质量研究提供了一种方法。

4.2 黄芪甲苷斑点在显色过程中,斑点颜色变为紫红色时,应迅速从烘箱中取出,并在薄层板上覆盖一

同样大小的玻璃板,周边密封,否则,黄芪甲苷斑点的最大吸光波长发生位移,吸光度积分值降低。

(1999-09-08 收稿)

气相色谱法测定冰硼含片中冰片的含量

天津中医学院(300193)
河南省中药研究所

刘桂霞
杨胜亚 蔡中琴

冰硼含片是在传统方剂冰硼散的基础上研制的中药新剂型。由冰片、硼砂等 4 味中药组成。为探索该新制剂的质量标准,我们用气相色谱法对方中冰片的含量进行了测定。

1 样品试剂与仪器

冰硼含片:自制。冰片对照品:购自中国药品生物制品检定所。萘、丙酮为分析纯。

GC-9A 气相色谱仪、岛津 C-R2AX 数据处理机、FID(火焰离子)检测器,色谱柱 3.2 mm × 2.1 m 玻璃柱以 10% PEG20M 为填料,以 Chromosorb WAW-DMCS 为载体,载气流速 $N_2 = 5 \text{ mL/min}$ 、 $P_{H_2} = 59 \text{ kPa}$ 、 $P_{\text{空气}} = 49 \text{ kPa}$,检测器温度 200 ,进样器温度 200 ,柱温 130 。

2 方法与结果

2.1 标准曲线的绘制:精密称定冰片对照品 50 mg,用丙酮溶解并转移至 25 mL 的容量瓶中,用丙酮稀释至刻度摇匀,分取 1, 1.5, 2, 2.5, 3 μL 注入气相色谱仪,测定其吸光度,其回归方程 $A = 107\ 643M + 98\ 192.6$,相关系数 $r = 0.999$ 。

2.2 校正因子的测定:取内标物萘 250 mg,精密称定,加丙酮溶解并稀释至 25 mL,摇匀,另取冰片对照品 50 mg,精密称定,用丙酮溶解并稀释至 25 mL,摇匀,精密吸取上述内标物萘液 1 mL 及冰片对照品液 5 mL 置 10 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至

刻度,摇匀,取 1 μL 注入气相色谱仪,计算校正因子,结果为 1.33, $RSD = 0.30\% (n = 6)$ 。

2.3 样品的含量测定:取样品研细,精密称定 1 g,加丙酮 4 mL,用涡流混合器混合,离心,取上清液于 10 mL 的容量瓶中,残渣再分别加入丙酮 3, 2 mL,按上法重复操作两次,取上清液,并入同一容量瓶中,精密加入内标物溶液 1 mL,用丙酮稀释至刻度,摇匀,取 1 μL 注入气相色谱仪,测定,计算即得。其结果见表 1。

表 1 样品中冰片的含量(%)

批号	0809	0810	0811	0826	1013	1014	1015	1207	1208	1209
含量	0.79	0.77	0.78	0.88	0.87	0.85	0.88	0.89	0.87	0.89

2.4 回收率试验:取样品研细,精密称定 1 g 6 份,分别加入 2 mg/mL 的对照品溶液 0, 2.5, 3.0, 2.5, 3.0, 4.0 mL,再依次加入丙酮 4, 1.5, 1.0, 0, 1.5, 1.0, 0 mL,按含量测定方法项下提取,测定其含量,计算其回收率,结果为 99.90%, $RSD = 1.98\% (n = 6)$ 。

3 讨论

实验证明本方法简便快捷,准确,可作为生产中冰硼含片中冰片含量的定量方法,也为其它含有冰片的中药制剂中冰片的含量测定提供参考。

(2000-01-12 收稿)

《中草药》杂志 2000 年第 31 卷增刊征订启事

为了加速中药产业的技术创新,经国家科技部(国科发财字[2000]25号文)批准,我部编辑、出版了以“中药新理论、新剂型、新工艺和新技术”为主要内容的《中草药》杂志 2000 年增刊。本增刊共收载论文 112 篇,其中特邀国内中药化学、药理、制剂、分析等方面的知名专家和中青年学科带头人就“中药新理论、新剂型、新工艺和新技术”撰写专论文章 14 篇。本增刊选题广泛,内容新颖,学术水平较高,科学性较强。总文题请见《中草药》杂志 2000 年第 9 期第附 10 页。

增刊为大 16 开本,210 页(约 40 万字),天津市报刊增刊特准准印证(2000)第(112)号,定价 65 元,另加包装费、邮费 5 元。凡订阅者请直接向我部邮购。

地址:天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编:300193 电话:022-27474913

《中草药》杂志编辑部