

清感穿心莲片质量标准的研究

张娟娟

(厦门中药厂,福建 厦门 361009)

中图分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)09-0806-01

清感穿心莲片是由穿心莲、买麻藤 2 味中药组成的纯中药制剂,已收载入部颁标准第十九册,目前尚无定量测定指标,《中国药典》2000 年版对穿心莲药材有含量规定,为此我们探讨了清感穿心莲片中穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯的含量测定。

1 仪器与材料:

岛津 CS-910 型薄层扫描仪,微量进样器,三用紫外分析仪, CAM AG 型色谱涂布器,硅胶 GF₂₅₄ (青岛海洋化工厂),脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯对照品由中国药品生物制品检定所提供,清感穿心莲片由我厂提供,试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 薄层条件: 硅胶板: 0.3% CMC-Na 的硅胶 GF₂₅₄,规格 20 cm×20 cm,厚约 0.4 mm,105℃活化 1 h 展开剂: 氯仿-丙酮(2:1),紫外灯 254 nm 下定位

2.2 扫描条件: 双波长反射法锯齿扫描,脱水穿心莲内酯 $\lambda_{S}=263\text{ nm}$, $\lambda_{R}=370\text{ nm}$;穿心莲内酯 $\lambda_{S}=230\text{ nm}$, $\lambda_{R}=300\text{ nm}$,狭缝 1.25 mm×1.25 mm, Sx=3,灵敏度×1

2.3 供试液的制备: 取样品 20 片,去糖衣,研细,精密称取约 2 g,精密加甲醇 25 mL,精密称定,冷浸 1 h,超声处理 30 min,放冷用甲醇补足减失的重量,滤过,弃去初滤液,取续滤液作为供试品溶液

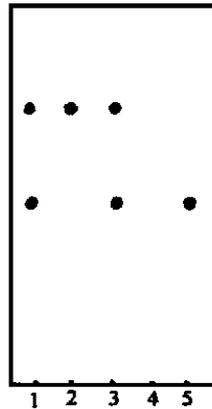
2.4 药材对照液的制备: 称取穿心莲药材约 1 g,照供试液的制备项下方法制备。

2.5 阴性对照液的制备: 按处方比例,除去穿心莲药材,按供试液的制备项下方法制备。

2.6 对照品溶液的制备: 精密称取穿心莲内酯及脱水穿心莲内酯,用甲醇配制 1.16 及 0.97 mg/mL 的溶液

3 薄层鉴别

吸取供试液、药材对照液、阴性对照、脱水穿心



1 供试液
2 脱水穿心莲内酯
3 药材对照
4 阴性对照
5 穿心莲内酯
图 1 样品薄层图

莲内酯、穿心莲内酯对照品液各 6 μL , 分别点于同一块硅胶 GF₂₅₄ CMC-Na (0.3%) 薄层板上,按 2.1 项下层析条件展开,取出晾干,置紫外灯下检视,结果样品供试液、药材对照液在两种标准对照液相应的位置上有相同的斑点,而阴性对照液则无,见图 1

4 含量测定

4.1 标准曲线制备: 用微量进样器分别吸取穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯对照品液点于同一块硅胶 GF₂₅₄ CMC-Na 薄层板上,按 2.1 项下方法进行测定,绘制标准曲线。结果表明,脱水

穿心莲内酯在 1.94~9.70 μg 呈良好线性关系,回归方程为: $Y=0.3941X-0.9237$, $r=0.9964$;穿心莲内酯在 2.32~11.6 μg 呈良好线性关系,回归方程为: $Y=1.9065X+2.2516$, $r=0.9988$

4.2 提取方法的优选: 设计 2 种提取溶剂、3 种提取条件共 6 个试验进行提取,含量测定结果见表 1

表 1 样品提取试验比较

序号	提取溶剂	提取方法	脱水穿心莲内酯含量(毫克/片)	穿心莲内酯含量(毫克/片)
1	甲醇	冷浸 1h	1.83	2.07
2	甲醇	冷浸 1h,超声 0.5h	2.22	2.52
3	无水乙醇	冷浸 1h	1.70	1.98
4	无水乙醇	冷浸 1h,超声 0.5h	1.62	1.92
5	甲醇	温热 1h	1.80	2.02
6	无水乙醇	温热 1h	1.75	1.84

结果表明,甲醇作提取溶剂,冷浸 1 h 超声 0.5 h 的提取方法测定的两种内酯的含量均最高,因此

(下转第 846 页)

收稿日期: 2000-12-28

作者简介: 张娟娟(1969-),女,1990年毕业于上海医科大学,获理学学士学位,一直在厦门中药厂工作,任工程师,从事工艺和中药质量标准的研究,已发表论文 3 篇。

口燥咽干。西洋参原产美国、加拿大,70年代开始我国试行引种栽培,目前国产西洋参遍布大江南北

由于进口西洋参价格昂贵,又与国产西洋参、甚至人参 *Panax ginseng* C. A. Meyer. 在外形上十分近似,初学者难以掌握其鉴别要领。笔者通过多年的实践,认为以下十二点鉴别方法可供同行参考

1 观芦头:商品西洋参芦头较小,一般看不见芦碗或芦碗稀少,较小而浅;生晒参(人参)芦头明显较大,芦碗较多,大而凹陷较深。

2 观皱纹:进口西洋参纵皱纹,不规则,粗而深;国产西洋参表面较光滑,纵皱纹细而浅,根头部横皱纹明显可见。生晒参根的上部或全体有疏浅断续的粗横纹及明显的纵皱纹,但纵皱纹不如进口西洋参粗而深。

3 观皮孔:西洋参皮孔较粗壮;生晒参的皮孔较细长。

4 观质地:进口西洋参质地坚实而重,置手中感到沉重而坚实;国产西洋参质地次之;生晒参质地较轻,置手中有轻浮感。

5 听响声:进口西洋参一般质硬不容易剪断,当剪断时声音较轻脆,断面较整齐。国产西洋参不如上述明显;生晒参质较松,易剪断,轻脆声不明显。

6 观裂隙:西洋参质地较致密,断面裂隙不明显;生

晒参断面可见明显裂隙。

7 观朱砂点:西洋参断面可见形成层外侧多环断继续排列的朱砂点(树脂道),并且形成层色较深,以进口者更为明显;生晒参断面形成层环色较浅,朱砂点稀少。

8 闻气色:西洋参具有特殊香气,进口者香气更浓;生晒参具青草样香气,可供鉴别。

9 尝味:取直径为 0.8 cm,厚约 0.2 cm 的参片置口中,西洋参与生晒参均微甘,但进口西洋参味浓,生津作用强烈,口感可持续 2 min 左右时间;国产西洋参味不如进口货,口感持续时间约 1 min,生晒参味较淡,生津作用较弱。

10 水泡法:用西洋参切片热开水浸泡,进口西洋参一般水质清静,少混浊;国产西洋参一般常显混浊。

11 观病斑:在西洋参的表面,如见有少数和类圆形为白色斑点(病斑),多为国产西洋参;进口西洋参病斑较少见。

12 薄层层析法:取西洋参粗粉,按《中国药典》西洋参项下介绍的方法,以人参皂苷 F_{11} , R_{b1} , R_e , R_{g1} 作对照品,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)作展开剂展开,喷 10% 硫酸乙醇液显色,在紫外灯下观察可见在以上人参皂苷相对应的位置分别显相同颜色斑点或荧光斑点。

(上接第 806 页)

选定作为样品提取方法。

4.3 稳定性试验:分别对同一块薄层板同一个脱水穿心莲内酯和穿心莲内酯斑点每隔 1 h 扫描测定一次,结果两者积分值在 4 h 内基本稳定。

4.4 精密度试验:分别连续测定同一块薄层板上相同的穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯斑点面积值, RSD 分别为 1.02% 和 1.05% (均 $n=6$),不同薄层板上穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯斑点面积值, RSD 分别为 2.58%, 2.77% (均 $n=5$)。

4.5 样品测定:按 2.3 制备方法制备供试液,定量吸取供试液各 $8\mu\text{L}$,穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯各 $4, 8\mu\text{L}$,分别点于同一薄层板上,按标准曲线制备方法进行测定,用外标二点法计算样品中脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯的含量。见表 2。

表 2 样品含量测定结果 (毫克/片)

批号	990501	990502	990503	990602	990702	990803
脱水穿心莲内酯	1.98	2.04	2.07	1.75	2.02	2.00
穿心莲内酯	2.25	2.28	2.40	2.08	2.30	2.28
总量	4.23	4.32	4.47	3.83	4.32	4.28

4.6 回收率实验:取已知含量的样品适量,分别精密加入一定量的脱水穿心莲内酯、穿心莲内酯对照品,其余按供试液项下制备方法制备供试液,然后分别准确吸取供试液点于同一薄层板上,按“样品测定”项下方法测定脱水穿心莲内酯,平均回收率为 98.42%, $RSD=1.72\%$ ($n=5$);穿心莲内酯平均回收率为 99.97%, $RSD=2.02\%$ ($n=5$)。

5 讨论

5.1 《中国药典》2000年版要求穿心莲中脱水穿心莲内酯和穿心莲内酯的总量不得少于 0.80%,本文所测定的药材含量均达到规定 ($>1.5\%$),为产品质量控制奠定了基础。

5.2 本文脱水穿心莲内酯斑点扫描条件参照 2000 年版药典方法,穿心莲内酯斑点扫描条件参考文献^[3],经各项试验考察,可用于本品质量控制。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典[S].一部.2000.
- [2] 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.
- [3] 陈勇,甄汉深,石勇新,等.薄层扫描法测定清火栀麦片中穿心莲内酯和栀子苷的含量[J].中国中药杂志,1998,23(6):354.