

- [13] 胡景江,文建雷,景辉,等. 杨树体内苯丙烷代谢与其对溃疡病抗性的关系 [J]. 植物病理学报, 1992, 22(2): 185-188.
- [14] 刑建民,赵德修,李茂寅,等. 水母雪莲悬浮培养细胞生长和黄酮类活性成分合成 [J]. 植物学报, 1998, 40(9): 836-842.
- [15] Nicholas M, Catherine R E. A novel method for measuring

antioxidant capacity and its application to monitoring the antioxidant status in premature neonate [J]. Clinical Science, 1993, 84: 407-412.

- [16] Guy C L, Li P H, Skai A. Hardiness and Freezing Stress [M]. New York: Academic Press, 1982.

芪参胶囊质量标准的研究

刘桂霞¹,倪艳²,苏强²,刘振权²,李先荣^{2*}

(1. 天津中医学院,天津 300193; 2. 山西中医药研究院,山西太原 030012)

摘要: 目的 研究芪参胶囊的质量控制标准;方法 采用薄层色谱法对制剂中黄芪、人参、水蛭、赤芍和川芎进行定性鉴别;同时采用双波长薄层扫描法对黄芪甲苷进行了含量测定;结果 平均回收率为 100.14%,*RSD* 为 1.9%;结论 该方法灵敏、简便、准确,重现性好,可作为该制剂的质量控制标准。

关键词: 薄层色谱鉴别;薄层扫描法;黄芪甲苷;含量测定;芪参胶囊

中图分类号: R927.11 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1083-03

Studies on standard for quality control of QISHEN CAPSULE

LIU Gui-xia¹, NI Yan², SU Qiang², LIU Zhen-quan², LI Xian-rong²

(1. Tianjin College of TCM, Tianjin 300193, China; 2. Shanxi Academy of TCM, Taiyuan Shanxi, 030012, China)

Key words identification of TLC; TLCs; astragaloside IV; content determination; QISHEN CAPSULE

芪参胶囊是由黄芪、人参、水蛭、川芎、麦冬、五味子、赤芍、丹参、泽兰、土鳖虫等中药经现代科学手段提取加工而成,具有益气活血、祛瘀通经、滋阴养血、平肝熄风的功效,主要用于中风引起的各种症状。本文对其质量标准进行了研究

1 仪器与试药

CS-9301PC薄层扫描仪(日本岛津);毛细点样管(U. S. A. Drummond);薄层自动铺板器(重庆南岸贝尔德仪器技术厂);UV-8型紫外分析仪(上海)。硅胶 G(青岛海洋化工厂);化学试剂均为分析纯。黄芪甲苷、芍药苷、人参皂苷 R_{g1}对照品,川芎、丹参对照药材(中国药品生物制品检定所);水蛭对照药材经鉴定为水蛭科动物蚂蟥 *Whitmania pigra* Whitman的干燥虫体。芪参胶囊为实验室自制。

2 水蛭的薄层鉴别

取本品内容物 4 g,加硅藻土 3 g,充分混匀,加甲醇 3 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液水浴蒸干,残渣加水 30 mL使溶解,用乙醚振摇提取 3 次,每次 20 mL(水溶液备用),合并乙醚提取液,挥去乙醚,残渣加甲醇 1 mL使溶解,作为供试品溶液。取缺水蛭的芪参胶囊阴性样品 5 g,按上法制成阴性对照品

溶液。另取水蛭对照药材 1.5 g,加甲醇 10 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液浓缩至约 1 mL,作为对照药材溶液。吸取供试品及阴性对照品溶液各 3 μ L 对照药材溶液 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇(40:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛-硫酸溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热约 5 min 日光下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰(见图 1)。

3 赤芍的薄层鉴别

取水蛭的薄层鉴别项下乙醚提取后的水溶液,用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次(20, 10, 10 mL),合并正丁醇提取液,用氨试液提取 3 次,每次 15 mL,弃去氨液,正丁醇液蒸干,残渣加水 3 mL 使溶解,加于 D₁₀₁型大孔吸附树脂柱(内径 2 cm,长 12 cm)上,以水 50 mL 洗脱,弃去水液,再用 40% 乙醇 30 mL 洗脱,浓缩,加乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。取缺水芍的芪参胶囊阴性样品 5 g,按上法制成阴性对照品溶液。另取芍药苷对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取供试品及阴性对照品溶液各 10 μ L 对照品溶液 4 μ L,

分别点于同一硅胶 G薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛-硫酸溶液,在105℃加热至斑点清晰。日光下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝紫色斑点。阴性对照无干扰(见图1H)。

4 黄芪、人参的薄层鉴别

取分别缺黄芪、人参的芪参胶囊阴性样品各5g,按水蛭薄层鉴别项下方法制成各自的阴性对照品溶液。另取黄芪甲苷、人参皂苷 R_{g1} 对照品,加甲醇分别制成每1 mL含1 mg、2 mg的溶液,作为对照品溶液。吸取水蛭薄层鉴别项下的供试品溶液4 μL,缺黄芪阴性对照品溶液4 μL,分别点于同一硅胶 G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(8:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸-乙醇溶液,于105℃加热至斑点清晰。分别置日光或紫外灯(364 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,分别显相同颜色的斑点或荧光斑点,各自阴性对照无干扰(见图1H)。

5 川芎的薄层鉴别

取本品内容物10g,加乙醚3 mL,超声处理10 min,滤过,滤液挥干,残渣加氯仿1 mL使溶解,作为供试品溶液。取缺川芎的芪参胶囊阴性样品10g,按上法制成阴性对照品溶液。另取川芎对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。吸取供试品及阴性对照品溶液各5 μL,对照药材溶液1 μL,分别点于同一硅胶 G薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯(9:

1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰(见图1-IV)。

6 黄芪甲苷含量测定

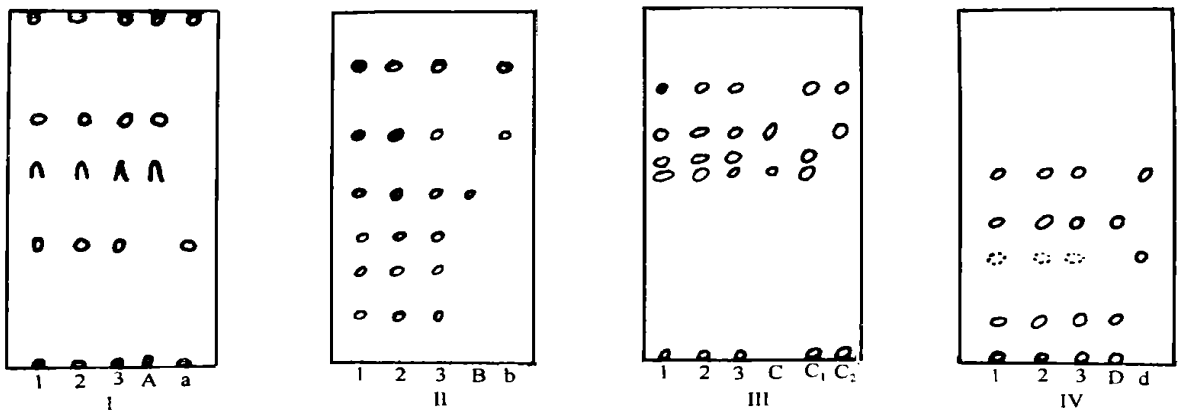
6.1 薄层层析与扫描条件:薄层板为含有0.5%羧甲基纤维素钠的硅胶 G板;展开剂为氯仿-甲醇-水(65:35:10) 10℃以下放置过夜的下层溶液;显色剂为10%硫酸-乙醇液,加热至斑点清晰。

最大吸收波长:黄芪甲苷吸收差光谱图表明其最大吸收波长为520 nm

扫描方式:反射式双波长锯齿扫描,检测波长为λ_S = 520 nm,参比波长为λ_R = 650 nm 狭缝1.2 mm × 1.2 mm, S_X = 3

6.2 标准曲线的绘制:精密称取适量黄芪甲苷对照品,用甲醇制成1.0 mg/mL的对照品溶液。精密吸取1, 2, 3, 4, 4 μL分别点于同一薄层板上,按上述条件展开,扫描,以点样量为横坐标(X),面积积分值为纵坐标(Y),绘制标准曲线。经线性回归处理,回归方程式为:Y = 148.2156X + 2.2334, r = 0.998。表明黄芪甲苷点样量在1.0~5.0 μg范围内与峰面积积分值呈良好线性关系。

6.3 空白试验:取缺黄芪的模拟芪参样品10g,精密称定,照含量测定项下方法制备阴性样品溶液。取阴性样品溶液、芪参胶囊样品溶液各6 μL,对照品溶液2 μL,点于同一硅胶 G板上,依法展开,作全程扫描。结果阴性无干扰。



I 水蛭 II 赤芍 III-黄芪、人参 IV-川芎
1-3供试品 A水蛭对照药材 a阴性对照 B芍药苷对照 b阴性对照
C黄芪甲苷、人参皂苷 R_{g1} c₁缺人参样 c₂缺黄芪样 D川芎对照药材 d阴性对照

图1 样品 TLC图

6.4 稳定性试验:吸取对照品溶液2 μL,展开后用玻璃板覆盖,每间隔0.5 h扫描一次,测定5次,其斑

点面积的积分值基本稳定, RSD为1.6%,表明在2.5 h内稳定性良好。

6.5 精密度考察:精密吸取对照品溶液在同一薄层板上共 5 个点,均为 2 μ L,依法进行薄层扫描测定,其峰面积积分值的 RSD 为 1.2%,表明精密度良好。

6.6 重现性试验:同一批样品分别称取 5 份,制备样品供试液,并进行测定,峰面积积分值的 RSD 为

表 1 样品含量测定结果 (n= 3)

批号	000602	000604	000606	000608	000615	000711	000714	000726	000801	000809
含量(毫克/粒)	0.098	0.096	0.043	0.094	0.088	0.056	0.079	0.096	0.102	0.068

6.8 样品测定

按照制定的方法对 10 批样品进行含量测定,结果见表 1

7 讨论

7.1 首次建立了复方中水蛭的薄层色谱鉴别方法,所得图谱清晰,重现性好,且阴性(去水蛭)无干扰,可供其它复方中水蛭的鉴别参考。

7.2 该方中含苷类成分的药味偏多,如黄芪、赤芍、

2.4%,表明该方法重现性良好。

6.7 回收率试验:精密称取已知含量的供试品(000608)共 5 份,分别准确加入黄芪甲苷对照品适量,依照供试品溶液制备方法制备供试液,按上述条件进行测定,计算回收率。平均值为 100.014%,RSD 为 1.9%。

人参等,尤其黄芪、人参同处一方,为二者的质量控制带来一定难度,实验表明,在同一薄层板上同时鉴别人参、黄芪,可选择正丁醇-冰醋酸-水(8:1:1),其层析图谱不仅在可见光下清晰可辨,而且在紫外光灯(365 nm)下也较清晰。

7.3 本文采用了双波长薄层扫描法测定了君药黄芪中黄芪甲苷的含量,其提取分离方法较简便,且稳定、准确,可有效控制该制剂的内在质量。

国产迷迭香挥发油化学成分分析及含量测定

陈振峰,杨建莉,王春德,崔树玉*

(西安天诚医药生物工程有限公司,陕西 西安 710075)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)12-1085-02

迷迭香 *Rosmarinus officinalis* L. 为唇形科常绿小灌木,原产于地中海地区,并广为栽培,主产西班牙、摩洛哥、前南斯拉夫、保加利亚和突尼斯^[1]。近年来,我国西南部分省区也有栽培。迷迭香主要利用部位为叶片,以花期采收的叶片为佳。叶片呈细长形,绿色,气味芳香。

迷迭香叶中富含挥发油。据文献^[1]记载,鲜叶中含量 0.48%~0.52%,干燥叶片含量为 1.2%~2.5%。迷迭香挥发油在医药上能有效地缓解由消化不良引起的胃满、气胀,作为健胃药可以促进肠道蠕动,增强食欲,缓解小肠和胆道痉挛,增强肌收缩,促进胆汁分泌,可作为利胆剂。外用可以作为治疗风湿关节炎、肌肉疼痛的止痛擦剂。添加至溶液中可以促进皮肤的血液循环^[1]。

德国 E 委员会在其专著《草药治疗指南》中指出,迷迭香叶作为被获准使用的草药,用于治疗消化

不良(内服,孕妇禁用)和风湿病,改善局部循环(外用)。用量:内服,相当于 4~6g 生药的提取物 and 10~20 滴(1 mL)挥发油;外用:每次洗浴使用,相当于 50g 生药的用量或含 6~10% 挥发油的浴液^[4]。

为了促进我国对该种经济植物的研究与利用,开发出高附加值的迷迭香系列产品,我们对迷迭香叶的挥发油进行了分析研究。

1 材料与仪器

材料:迷迭香叶于 2001 年 10 月采自贵州省贵阳市郊;仪器:美国 PE 公司 Q-mass910 型气质联用仪。

2 方法与结果

2.1 挥发油的提取:采用水蒸气蒸馏法提取挥发油。干叶中挥发油的得率为 2.0%~2.3%。挥发油无色或略带黄色,气味芳香,浓郁,香味独特。

2.2 气相色谱条件:PE-5 石英毛细管柱(30 m \times

* 收稿日期: 2001-06-18