

# 地黄中地黄苷 A的含量测定

刘长河,张留记,李更生\*

(河南省中医药研究院,河南 郑州 450004)

地黄为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的干燥块茎,具清热凉血、养阴、生津之功效。地黄苷 A为环烯醚萜双糖苷,实际研究中发现其较梓醇(环烯醚萜单糖苷)稳定,且地黄苷 A的量亦不低于梓醇。本实验采用薄层扫描法测定了地黄中地黄苷 A含量,为控制地黄质量提供了另一可行测定方式

## 1 仪器与试剂

CAMAGI 薄层扫描仪(瑞士),定量毛细管(美国),RE-52A旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂),地黄苷 A对照品(自制,归一化法检测其纯度>98%),所用试剂为分析纯。干燥地黄样品 1999年、2000年、2001年采集于河南武陟,经我院都恒青研究员鉴定为玄参科植物地黄 *R. glutinosa* Libosch. 的干燥块茎

## 2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备:取同一批地黄(另取 1份干燥失重法测水分),切碎,精密称取 10g,加硅藻土适量研细,置索氏提取器中,加甲醇 50 mL,加热回流提取 3 h,滤过,回收甲醇,残渣用水溶解并定容于 50 mL量瓶中,摇匀,精密吸取 10 mL,用水饱和的正丁醇提取 8次,每次 10 mL,合并正丁醇提取液,减压回收正丁醇,残渣加甲醇溶解,并定容于 10 mL量瓶中,作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取地黄苷 A对照品适量,加甲醇制成 0.5 mg/mL的溶液,作为对照品溶液。

2.3 薄层及色谱条件:取硅胶 G,加入适量 0.1% CM C-Na,制成厚 0.5 mm的薄层板,自然干燥,备用。展开剂:氯仿-甲醇水(7:4:0.5);显色剂:10%硫酸-乙醇溶液,90℃烘 10 min,显色;扫描波长:407 nm;扫描方式:单波长线性扫描。

2.4 线性关系考察:精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 $\mu$ L于同一硅胶 G薄层板上,按上述薄层色谱

条件展开,取出,晾干,显色,扫描测定。以点样量为横坐标 X,峰面积为纵坐标 Y,计算得线性方程为  $Y = 164.36X + 44.4$ ,  $r = 0.997$ , 线性范围:0.5~2.5 $\mu$ g

2.5 稳定性考察:精密吸取地黄苷 A对照品溶液 3 $\mu$ L,点于硅胶 G薄层板上,依法展开,取出,晾干,显色,每隔 20 min扫描测定 1次。结果峰面积 RSD为 1.14% ( $n = 7$ )。结果表明:地黄苷 A在 120 min内稳定。

## 2.6 精密度考察

2.6.1 同板精密度考察:精密吸取供试品溶液 4 $\mu$ L,对照品溶液 2, 4 $\mu$ 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,扫描,计算。结果地黄苷 A质量的 RSD= 1.59% ( $n = 5$ )。

2.6.2 异板精密度试验:精密吸取供试品溶液 4 $\mu$ L,对照品溶液 2, 4 $\mu$ L分别点于 5块硅胶 G薄层板上,按上述薄层色谱条件展开,显色,扫描,计算,结果地黄苷 A量的 RSD= 1.62% ( $n = 5$ )。以上结果表明,地黄苷 A同板、异板精密度良好。

2.7 重现性试验:精密称取同一批干燥药材 5份,每份 10g,按上述供试品溶液处理方法处理,得供试品溶液。分别吸取上述溶液 4 $\mu$ L,对照品溶液 2, 4 $\mu$ L,点于同一硅胶 G薄层板上,按上述薄层色谱条件展开,显色,扫描,计算。结果地黄苷 A质量的 RSD= 2.14% ( $n = 5$ )。

2.8 加样回收率试验:精密称取同一批干燥药材样品 5份,每份 5g,加入地黄苷 A对照品适量,按上述供试品溶液提取方法提取,定容于 10 mL量瓶中。精密吸取上述溶液各 4 $\mu$ L,对照品溶液 2, 4 $\mu$ L,点于同一硅胶 G薄层板上,按上述薄层色谱条件展开,显色,扫描,计算。结果平均回收率为 99.23%, RSD= 2.53% ( $n = 5$ )。

2.9 地黄中地黄苷 A含量测定:精密称取上述不同采集期地黄样品(另取 1份干燥失重法测水分),

\* 收稿日期:2001-11-15

基金项目:国家“九五”攻关项目(96-903-02-04)

作者简介:刘长河,男,助理研究员,执行药师,1994年毕业于沈阳药科大学,现在工作于河南省中医药研究院中药研究室,从事天然药物的提取与分离及中药新药的开发与研究。

依法制备供试品溶液;精密吸取供试品溶液 4 $\mu$  L,对照品溶液 2,4 $\mu$  L,分别点于同一硅胶 G薄层板上。以氯仿-甲醇-水(7:4:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸-乙醇溶液,90 $^{\circ}$ C烘 10 min 显色,扫描,测定,计算。结果见表 1

表 1 不同采集时间地黄药材中地黄苷 A 的含量

采集时间	地黄苷 A 含量(mg/g)
1999年 8月	1.425
2000年 8月	1.575
2001年 4月	1.563

以上结果可见,地黄中地黄苷 A 含量以干燥品计,应不低于 1.0 mg/g

### 3 讨论

3.1 地黄苷 A 对照品经 UV IR <sup>1</sup>HNM R <sup>13</sup>CNM R光谱鉴定为环烯醚萜-2-葡萄糖苷,HPLC 归一化法测其含量 > 98%。

3.2 显色剂曾选择碘蒸汽,但碘显色需较长时间(30 min)且斑点荧光易消褪。选用 10% 硫酸-乙醇溶液 90 $^{\circ}$ C烘 10 min 显色,斑点荧光于 407 nm 处有最大吸收且扫描无干扰。

3.3 对于干燥地黄样品中地黄苷 A 含量应不低于 1.0 mg/g,对鲜地黄及熟地黄中地黄苷 A 含量变化有待进一步研究。

## 清肝颗粒制备工艺研究

刘力,罗月琴,徐德生\*

(上海中医药大学附属曙光医院,上海 200021)

根据我院院长王灵台教授的经验方,由猫人参、黄芩、柴胡、白术等中药制成的清肝颗粒,既保持了传统汤剂作用迅速的特点,又克服了汤剂临用时煎煮不便的缺点,体积小,服用、贮藏、携带方便,具有改善肝功能,抑制丙肝病毒复制的作用,是临床治疗急慢性丙肝的纯中药制剂

### 1 仪器与试药

AEL-160 电子分析天平(日本岛津);CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津);CQ-250 超声清洗器(上海必能信超声波仪器公司);黄芩等饮片(上海徐重道饮片厂);黄芩苷(中国药品生物制品检定所);其他试剂均为分析纯;GEs<sub>4</sub> 高效板(E. Merck)

### 2 提取方法的选择

以方中黄芩的有效成分黄芩苷的含量为指标,加上白术中的挥发油,柴胡中的柴胡皂苷薄层色谱鉴别,以及清肝浸膏的干膏得率来分析清肝颗粒的提取工艺。经试验,结果表明全方以乙醇热提法,干膏得率较高,黄芩苷含量最高,并且能在薄层色谱中显示柴胡皂苷、白术挥发油的斑点。结果见表 1

### 3 正交表的设计<sup>[1]</sup>

采用正交试验,以乙醇浓度、乙醇用量、热提次数以及热提时间为因素,分别设定 3 个水平,见表 2

表 1 不同提取工艺比较

提取方法	面积积分值	干膏得率(%)	柴胡 TLC	白术 TLC
水提法	33 799.16	20.67	-	-
水提醇沉法	29 157.84	13.56	-	-
乙醇冷浸法	30 668.64	17.82	+	+
乙醇热提法	44 458.28	19.99	+	+

表 2 因素水平表

水平	因素			
	A 醇浓度(%)	B 时间(min)	C 次数(次)	D 加醇量(倍)
1	50	30	1	6
2	60	45	2	8
3	70	60	3	10

### 4 样品的制备

准确称取处方中各药味,加乙醇浸泡 0.5 h 后,按上述正交设计的条件,回流提取,滤过,滤液减压回收乙醇至无醇味,再浓缩至 100 mL,作为样品液,制得 9 份样品

### 5 考察指标的测定

5.1 干膏得率的测定:精密吸取各样品液 10 mL,置已恒重的蒸发皿中,于水浴上蒸干后,在 105 $^{\circ}$ C 干燥 3 h 至恒重,移置干燥器中冷却 30 min,称取质量,计算干膏得率(表 3)。

### 5.2 黄芩苷的含量测定

5.2.1 供试液制备:精密吸取各样品液 25 mL,真

\* 收稿日期: 2001-11-26

基金项目: 国家“九五”科技攻关课题(96-906-08-04)

作者简介: 刘力,女,主任药师,硕士生导师,执业药师,1984年毕业于上海中医药大学,现在曙光医院中药研究室工作,从事中药新药的开发与研究。Tel 021-53825761