

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1979.
- [2] Beijing Chrysanthemum Cooperates Group. The preparation clinical observation of *Chrysanthemum* encloses 430 cases of curative effect analysis [J]. *Bull Chin Mater Med* (中药通报), 1983, 8 (4): 39-40.
- [3] Liu Z Q, Lai X P, Wu Y H, et al. Study on enrichment process of Baohe Pills with macroporous resin [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2001, 23 (8): 550-552.
- [4] Lin C R. The determination of flavonoid content of flowers of *Chrysanthemum indicum* [J]. *Guihaia* (广西植物), 2002, 22 (5): 467-468.
- [5] Li B T, Wang X, Li X J. The application of separation of natural product by macroporous resin [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1990, 21 (8): 42-44.
- [6] Hou S X, Tian H K. The application of separation and purification process of compound in TCM by macroporous adsorption resin [J]. *Tradit Chin Drug Res Clin Pharmacol* (中药新药与临床药理), 2000, 11 (3): 131-133.

党参颗粒的质量标准研究

李松, 隆龙

(江阴天江药业有限公司, 江苏 江阴 214434)

党参颗粒为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf. 的干燥根制成, 具有补中益气、健脾益肺的功效, 用于脾肺虚弱、气短心悸、食少便溏、虚喘咳嗽、内热消渴等症, 是临床常用的补益药^[1]。党参中主要有多糖、聚乙炔醇、甾醇类、三萜类、苯丙素苷类、生物碱、内酯类、酚酸、黄酮等多种化学成分^[2]。现代药理研究表明党参有免疫增强作用, 同时具有一定的双向调节作用, 对胃黏膜损伤具有保护作用, 对记忆障碍有改善作用, 具有对心血管和血液系统的作用、抗衰老作用、抗应激作用等。《中国药典》2005 年版一部“党参”项下仅有薄层鉴别, 缺少对党参质量的有效控制指标。为控制党参颗粒的质量, 保证产品均一稳定, 本实验以党参炔苷为指标成分对党参颗粒进行定性和定量测定^[3], 结果满意, 可作为产品的质量的控制方法。

1 仪器与试剂

Waters 600E 高效液相色谱仪, Waters 2487 双通道紫外检测器(美国 Waters 公司); JS-3030 色谱工作站(大连江申分离科学技术有限公司); 超声清洗机(无锡超声电子设备厂); REPROSTAR3 薄层成像系统(CAMAG)。

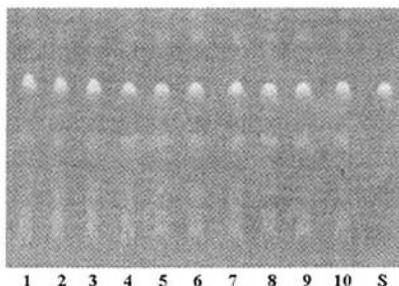
党参炔苷对照品(自制, 经高效液相色谱分析, 质量分数 $\geq 98\%$)。硅胶 G(青岛海洋化工厂, 薄层色谱用); 乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。党参颗粒由江阴天江药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱定性鉴别: 取本品约 1 g, 加甲醇 25

mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 2 mL 使溶解, 置 C₁₈ 固相萃取小柱(500 mg, 用甲醇、50% 甲醇、20% 甲醇各 10 mL 预洗)中, 先用 20% 甲醇洗脱、再用 50% 甲醇各 5 mL 洗脱, 收集 50% 甲醇洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取党参炔苷对照品适量, 加甲醇制成 1 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。按照《中国药典》2005 年版一部附录 VI B 薄层色谱法试验, 吸取供试品溶液 10 μ L、对照品溶液 2 μ L, 分别点于同一硅胶 HF₂₅₄ 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(16:5:0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 加热 5 min, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。见图 1。

2.2 定量测定



1~10-为党参颗粒 S-为党参炔苷
1-10-Dangshen Granule S-labetoylin

图 1 党参颗粒的 TLC 图谱

Fig. 1 TLC Chromatogram of Dangshen Granule

收稿日期: 2005-11-05

基金项目: 国家“十五”重大科技专项“创新药物和中药现代化”(2001BA701A41)

作者简介: 李松(1969-), 男, 江苏人, 工程师, 主要从事中药质量标准研究。Tel: (0510) 86408091 E-mail: lis@tianjiang.com

2.2.1 色谱条件: Lichrospher C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相: 乙腈-水 (2:8), 体积流量: 1.0 mL/min, 检测波长: 267 nm, 进样量: 10 μL。理论板数按党参炔苷峰计算不得低于 2 000。HPLC 图谱见图 2。

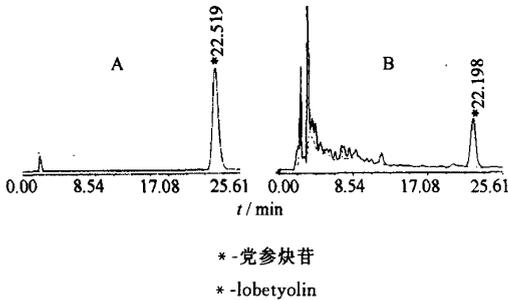


图 2 党参炔苷对照品(A)和党参颗粒(B)的 HPLC 图谱

Fig. 2 HPLC Chromatograms of lobetyolin reference substance (A) and Dangshen Granule (B)

2.2.2 对照品溶液的制备: 精密称取党参炔苷对照品适量, 加甲醇制成 80 μg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备: 取本品约 1 g, 精密称定, 加甲醇 25 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 2 mL 使溶解, 置 C₁₈ 固相萃取小柱 (500 mg, 用甲醇、50% 甲醇、20% 甲醇各 10 mL 预洗) 中, 先用 20% 甲醇洗脱、再用 50% 甲醇各 5 mL 洗脱, 收集 50% 甲醇洗脱液, 置 5 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 离心, 即得。

2.2.4 线性关系考察: 分别精密吸取党参炔苷对照品溶液 0、2、4、6、8 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 制成不同质量浓度的对照品溶液。分别精密吸取上述对照品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定。以峰面积值 (Y) 为纵坐标, 党参炔苷进样量 (X) 为横坐标, 求得回归方程为: $Y = 90\,752 X - 1\,372$, $r = 0.999\,9$, 结果: 党参炔苷在 0.16~0.80 μg 时, 进样量与峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验: 取党参炔苷对照品溶液, 在上述色谱条件下连续进样 5 次, 每次 10 μL, 以党参炔苷峰面积计算, RSD 为 0.79%。

2.2.6 重现性试验: 取同一批样品 (批号 0405244) 5 份, 精密称定, 制备供试品溶液, 分别进样 10 μL, 测定峰面积积分值, 结果 RSD 为 1.33%。

2.2.7 稳定性试验: 取批号 0405244 样品液, 分别

于 0、2、4、6、8、10 h 进行测定, 结果党参颗粒中党参炔苷峰面积的 RSD 为 1.15%, 表明样品中党参炔苷在 10 h 内稳定。

2.2.8 回收率试验: 取含党参炔苷 0.89 mg/g 的样品 (批号 0405244) 约 0.5 g, 平行 6 份, 精密称定, 分别加入党参炔苷对照品 0.45 mg, 制备供试品溶液, 测定, 结果平均回收率为 97.83%, RSD 为 1.52%。

2.2.9 样品测定: 取 10 批党参颗粒, 按供试品溶液的制备方法制成供试品溶液, 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 10 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定峰面积积分值, 计算即得, 结果见表 1。根据样品测定结果, 暂定党参颗粒中党参炔苷的质量分数不得少于 0.15 mg/g。

表 1 党参颗粒中党参炔苷测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of lobetyolin in Dangshen Granule (n=3)

批号	党参炔苷/(mg · g ⁻¹)	批号	党参炔苷/(mg · g ⁻¹)
0111016	0.17	0309023	0.63
0206040	0.28	0312073	0.16
0208001	0.19	0404018	0.29
0302113	0.29	0405244	0.89
0306051	0.72	0503067	0.66

3 讨论

3.1 参考《中国药典》2005 年版一部党参项下的鉴别方法, 结果发现党参炔苷的斑点的 R_f 值偏大, 且斑点的分离较差, 先后对醋酸乙酯-甲酸-水、三氯甲烷-甲醇-水展开系统进行反复比较摸索, 最终确定本实验条件鉴别党参颗粒, 薄层色谱图显示该方法具有专属性、重现性好且斑点清晰、分离度好。

3.2 采用 SPE 固相萃取小柱对样品进行前处理, 可有效地从样品中去除干扰杂质, 富集党参炔苷目标成分, 有利于样品的 HPLC 分析, 同时样品经过 SPE 处理后, 分析方法简便、快捷、误差小。

3.3 通过收集不同质量浓度的甲醇洗脱液, 经 HPLC 分析后发现, 20% 的甲醇洗脱液中, 没有党参炔苷样品, 50% 甲醇的甲醇洗脱液中, 党参炔苷的量最高, 故确定 50% 甲醇作为样品的洗脱剂。

References:

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
 [2] Zhu E Y, He Q, Wang Z T, et al. Chemical study on the root of *Codonopsis pilosula* [J]. J China Pharm Univ (中国药科大学学报), 2001, 32 (2): 94.
 [3] He Q, Zhu E Y, Wang Z T, et al. Determination of lobetyolin in *Radix Codonopsis* by high-performance liquid chromatography [J]. Chin Pharm J (中国药学杂志), 2005, 40 (1): 56.