

• 基层园地 •

心脉通口服液中人参二醇的含量测定

庄建红 简惠 (山东济南中药厂 济南 250100)

心脉通口服液由人参、麦冬、赤芍等中药经醇提、水煎等工艺制备而成的口服液。具有活血养阴,益气复脉,强身益寿之功效。用于治疗心痹、胸闷气短等症。其中人参为主药,为控制本品的内在质量,本文以人参皂甙水解产物人参二醇为指标,采用薄层扫描法对人参二醇的含量进行测定,取得了满意的结果。

1 仪器与药品 CS-910型薄层扫描仪(日本岛津);硅胶G(青岛海洋化工厂);试剂均为分析纯;人参二醇(中国药品生物制品检定所)。

2 试验条件的选择

2.1 样品溶液及对照品溶液的制备 精密吸取本品10ml,置分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取3次,每次10ml,正丁醇液蒸干,加7%硫酸和45%乙醇的混合溶液20ml,置50ml圆底烧瓶内,按文献中人参皂甙的水解萃取方法^[1],置水浴中水解2h,水浴上蒸发除去乙醇,移入60ml分液漏斗中,用水和氯仿适量分别洗净蒸发皿并入。用氯仿提取3次,每次10ml,氯仿层用蒸馏水洗1次,水层用10ml氯仿提取一次,合并氯仿,回收至干,残渣加氯仿溶解,定量转移至2ml量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另取缺人参阴性样品,同法制成阴性对照溶液。再取人参二醇对照品加氯仿制成每1ml含1mg溶液,作为对照品溶液。

2.2 展开剂的选择 曾比较了以下展开系统:(1)环己烷-丙酮(2:1);(2)氯仿-乙醚-甲酸(5:2.5:0.5);(3)氯仿-乙醚(1:2.5)。结果表明系统(3)的重现性,分离效果最佳,故选择系统(3)为展开剂。

2.3 测定波长与参比波长的选择 取人参二醇对照品溶液,供试品溶液和阴性对照液分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-乙醚(1:2.5)展开系统,展开,展距15cm,喷以10%硫酸乙醇溶液,105℃加热10min,进行全波长(400nm~760nm)扫描,结果供试品与对照品均在530nm处有最大吸收峰,在700nm处有最小吸收,阴性对照在此无吸收。薄层扫描仪: $\lambda_s=530\text{nm}$, $\lambda_R=700\text{nm}$;反射法锯齿扫描,狭缝

1.2mm×1.2mm, $S_x=3$ 。

2.4 线性关系的考察 分别吸取对照品溶液2,4,6,8,10 μl 点样,依法展开,测定。以点样量为横坐标,积分值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=0.27+1.065x$, $r=0.9995$ 。结果表明:人参二醇在2.0 μg ~10 μg 具有良好的线性关系。

2.5 斑点稳定性考察 取人参二醇对照品溶液及供试品溶液分别点在同一块薄层板,依法操作,每隔0.5h测定一次,结果表明斑点积分值在2h内稳定,2者测定值的RSD分别为1.95%和2.46%。

2.6 精密度考察 取人参二醇对照品溶液及供试品溶液,显色后同一斑点连续扫描5次,测得结果RSD分别为1.05%,1.37%;同一样品在同一薄层板不同位置点样,依法展开,显色后斑点扫描测得结果RSD分别为1.29%,1.95%;同一样品在不同薄层板上点样,依法展开,显色后斑点扫描测得结果RSD分别为2.65%,2.95%。

2.7 回收率考察 精密吸取已知含量的同一批样品5份,分别加入一定量的人参二醇对照品,依照2.1项下方法制备供试品液,点样,展开,扫描计算回收率,结果见表1。

表1 回收率测定结果

人参二醇量(mg)	人参二醇对照品加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1.48	1.54	2.99	98.05
1.48	1.54	3.04	101.30
1.48	1.54	2.98	97.40
1.48	1.54	2.97	96.75
1.48	1.54	3.00	98.70
$\bar{x}=98.44\%$, $RSD=1.78\%$			

3 样品测定

准确吸取供试品溶液5 μl 及对照品溶液3 μl 、5 μl 分别交叉点于薄层板上,依法展开和测定,测得5批样品的结果见表2。

表2 样品人参二醇含量

样品	测得值(mg/ml)			\bar{x} (mg/ml)	RSD(%)
1	0.204	0.210	0.206	0.206	1.49
2	0.230	0.235	0.228	0.231	1.56
3	0.216	0.210	0.220	0.215	2.34
4	0.220	0.215	0.224	0.220	2.05
5	0.250	0.245	0.255	0.250	2.0

4 讨论

实验中曾利用不同方法提取分离人参皂甙并进行了多种展开剂筛选,以期能直接测定样品中主要

皂甙的含量,但由于背景有干扰,斑点不清晰,无法扫描,用酸水解后皂甙元的斑点清晰,干扰小。实验结果表明,本法重现性好,可用于心脉通口服液的质量控制。

参考文献

1 曹成顺,何念民. 参麦注射液中人参二醇的薄层扫描测定. 中成药,1991,13(6):16

(收稿:1997-12-10)

薄层比色法测定沙日嘎-4 汤中姜黄素的含量

王青虎 白玉霞 布仁图雅

(内蒙古蒙医学院蒙药系 通辽 028041)

沙日嘎-4 汤是由姜黄 150g、黄柏 90g、蒺藜(制) 120g、栀子 150g 4 味药材组成的煮散。蒙医临床上主治小便闭止、尿频、尿急、尿中带血、膀胱刺痛等症^[1]。其中主要成分姜黄的有效成分为姜黄素。现用薄层分离,比色法测定沙日嘎-4 汤中姜黄素的含量。

1 仪器、药品及试剂

1.1 仪器 7230 分光光度计(上海分析仪器厂); ZF-I 型三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂);微量进样器(上海医用激光仪器厂)。

1.2 药品 姜黄、黄柏、蒺藜、栀子购自通辽药材站,并经蒙药鉴定教研室鉴定。姜黄:姜科植物姜黄 *Curcuma longa L* 的干燥根茎。黄柏:芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense Schneid* 的干燥树皮。蒺藜:蒺藜科植物蒺藜 *Tribulus herreshris L* 的干燥成熟果实。栀子:茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides Ellis* 的干燥成熟果实。沙日嘎-4 汤:内蒙古蒙医学院附属医院蒙药制剂室提供。批号:96090402。按文献^[1]处方及方法配制的自拟制剂。姜黄素对照品:中国药品生物制品检验所提供。

1.3 试剂 姜黄素对照品溶液:准确称取姜黄素对照品 10mg,置 10ml 容量瓶中,加适量甲醇溶解后,用甲醇稀释至刻度。摇匀,即得姜黄素对照品溶液(1mg/ml)。硅胶 G(60 型):中国青岛海洋化工集团公司出品。所用试剂均为分析纯。

2 薄层色谱条件

2.1 薄层板制备 取硅胶 G 及 0.5% 羧甲基纤维素钠水溶液(1:3)的比例研磨混合,均匀涂布于玻璃板(15cm×20cm)上,自然晾干,再用 0.1% 三乙醇胺-丙酮(1:1)展开,挥干,置干燥器中备用。

2.2 展开剂的选用 取适量样品甲醇提取液、姜黄素对照溶液和姜黄空白液点于同一块备用的硅胶 G 板上,以氯仿:甲醇:甲酸(96:4:0.6)为展开剂,展开,结果见附图。

3 比色法测定条件

3.1 测定波长的选择 精密吸取对照品液 40μl,用甲醇稀释至 10ml,以甲醇为空白对照,在 400nm~500nm 处每隔 2nm 分别测定吸光度,在 424nm 时吸光度最大。

3.2 标准曲线的绘制 精密吸取对照品溶液 10、20、30、40、50μl 于 10ml 的容量瓶中用甲醇稀释至刻度,摇匀。以甲醇为空白对照,在 424nm 处测定吸光度,具回归方程为: $A = 120.9 \times 10^{-3}c + 3.3 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$,姜黄素在 10μg~50μg 范围内具有良好的线性关系。

3.3 姜黄素在硅胶 G 板上洗脱率的测定 精密吸取对照品液 10、20、30、40、50μl 点于同一块备用的硅胶 G 板上,上述展开剂,展开 12cm,取出晾干,在紫外灯下画出姜黄素斑点的范围,刮取该部分硅胶置试管中,用 10ml 甲醇洗脱,过滤。以同样面积的空白硅胶按上述洗脱法制备空白液,在 424nm 处测其吸光度。测得平均洗脱率为 94.6%, $RSD = 0.52\%$

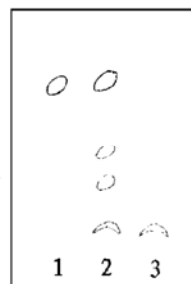
4 含量测定^[2,3]

4.1 供试品溶液的制备 取供试品成药及自拟制剂各 3 份,每份 5g,精密称定,分别置沙氏提取器中,用 60ml 甲醇加热回流至无色。用滤纸滤过提取液,用适量甲醇洗脱残渣 2 次。合并滤液和洗液,并浓缩至 50ml,摇匀即得。

4.2 精密度试验 精密吸取自拟制剂和姜黄素对照品溶液 6 份各 40μl 点于备用硅胶 G 板上,按洗脱率测定项下操作。结果 RSD 分别为 0.93%、0.60%。

4.3 稳定性试验 经考察姜黄素对照液和样品供试液在 8h 内吸光度稳定不变。

4.4 加样回收率试验 精密称取已知含量的自拟



附图 沙日嘎-4 汤中姜黄素的薄层色谱图

- 1. 姜黄素对照品溶液
- 2. 沙日嘎-4 汤供试液
- 3. 姜黄空白液