

• 基层园地 •

薄层-紫外法测定熄风通脉冲剂中黄芩甙含量

刘继华 王 威 李曼杰 王永奇

(吉林省中医中药研究院中药所 长春 130021)

熄风通脉冲剂是根据清代叶天士《临症指南中
风门》医案所用方剂和《杂病症治新义》中的天麻钩
藤饮衍变而成的。具有育阴潜阳,熄风通脉之功效。
黄芩为方中君药之一,黄芩甙为黄芩中的主要化学
成分,在生产中可通过检测黄芩甙的含量来控制产
品质量。

1 仪器与试药

1.1 仪器 752型紫外分光光度仪。

1.2 试药 熄风通脉冲剂及阴性对照药由通化市
制药厂提供;黄芩甙对照品购自中国生物制品检定
所;硅胶 G 由青岛海洋化工厂生产;其余试剂均为
分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备 取冲剂 10g,精密称定,
置索氏提取器中加氯仿 100ml,水浴加热回流提取
至无色,弃去氯仿液,药渣挥净溶媒,于索氏提取器
中加甲醇 100ml,水浴加热回流提取至无色,回收甲
醇至少量,定量转移至 25ml 容量瓶中,用甲醇稀释
至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.2 阴性对照品溶液的制备 取缺黄芩的阴性药
同供试品溶液的制备方法制备,得阴性对照品溶液。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取在 105℃干燥
至恒重的黄芩甙对照品 25mg,置 10ml 量瓶中,加甲
醇适量使溶解,并稀释至刻度,摇匀,制成对照品溶
液含黄芩甙 2.50mg/ml。

2.4 测定方法及结果 照薄层色谱法,精密吸取供
试品溶液 20μl,对照品溶液 30μl,在以羧甲基纤维素
钠(0.3%)为粘合剂的硅胶 G 薄层板上点成长 2cm
的条带状斑点,以氯仿-甲醇-冰乙酸-水(15:6:0.8
:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置日光下检视,刮
取对照品和与之相对应位置的供试品条斑以及等面
积的硅胶 G,置 5ml 具塞离心管中,分别加入 50%
甲醇水溶液 5ml,充分振摇,离心取上清液。照分光

光度法,以硅胶 G 的提取液为空白对照,在 λ=277nm 处测定供试品和对照品的吸收度,应用对照
品比较法计算供试品中黄芩甙的含量。计算公式为:
 $X = A_{样} \times W_{标} \times P / A_{标} \times W_{样}$ (X:每 g 药品中黄芩甙
的含量(mg/g);A_样:供试品的吸收度;A_标:对照品的
吸收度;W_样:精称之样品的重量;W_标:精称之对照
品的重量;P:体积换算常数)。依法测定 3 批样品,黄
芩甙含量为 9.9418,9.4571,9.7257mg/g。

3 方法学考察

3.1 测定波长的选择 照薄层色谱法试验,分别吸取
供试品溶液及阴性对照液各 20μl,黄芩甙对照品溶液
30μl,依 2.4 测定方法测定吸
收度,在波长为 200~350nm
范围内绘制吸收曲线,供试
品与对照品在 λ=(277±1)
nm 处有最大吸收,阴性对照
品在此波长处几乎无吸收,
故选用 λ=277nm 测定黄芩
甙的含量,见图 1。

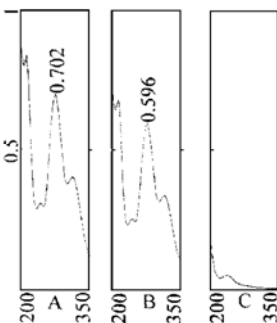


图 1 测定波长的扫描图
A 供试品 B 对照品
C 阴性对照品

3.2 标准曲线的线性关系考察 分别精密吸取黄
芩甙对照品溶液 0,25,50,75,100,125μl 置于 5ml
量瓶中,以 50%甲醇水溶液稀释至刻度,摇匀。照分
光光度法于 λ=277nm 处测定吸收度。以吸收度为
纵坐标,浓度为横坐标,绘制吸收度—浓度关系曲
线,结果对照品浓度在 2~10μg 范围内呈线性关系,
标准曲线为: $A = 0.0667c - 0.002, r = 0.9999$ 。

3.3 稳定性考察 精密吸取对照品溶液 30μl,按
2.4 测定方法测定吸收度,结果如下表。

表 1 稳定性试验结果

时间	0	0.5h	1.0h	2.0h	4.0h
A	0.561	0.570	0.568	0.565	0.572

$\bar{A} = 0.5672 \quad RSD = 0.76\%$

实验结果表明,吸收值在 0.5~4h 内稳定。

3.4 精密度测定 取同一样品,依法测定 5 次,测
定结果如下表。

表 2 精密度测定结果

编号	吸收度	黄芩甙含量(mg/g)
对照品	0.536	
1	0.558	9.6817
2	0.552	9.5776
3	0.540	9.3694
4	0.542	9.4041
5	0.562	9.7511

$\bar{x} = 9.5568(\text{mg/g})$
 $s = 0.1679$
 $RSD = 1.75\%$

3.5 重现性的测定 取同1批样品,精密称定5份,依法独立测定,结果如下表:

表3 重现性测定结果

编号	1	2	3	4	5
含量(mg/g)	9.9082	9.7665	10.1513	9.9447	9.8626

$$\bar{x}=9.9267(\text{mg/g}) \quad s=0.1422 \quad RSD=1.43\%$$

3.6 加样回收率的测定 取已知黄芩甙含量的供试品2g(960618 黄芩甙含量为9.5162mg/g),精密称定,加入黄芩甙对照品溶液2ml(浓度为1mg/ml),并按上述方法测定,计算其加样回收率,测定结果如下表。

表4 加样回收率测定结果

编号	原有量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	19.03	2.00	20.90	93.5
2	19.03	2.00	20.86	91.5
3	19.03	2.00	20.96	96.5
4	19.03	2.00	20.99	98.0
5	19.03	2.00	20.89	93.0

$$\bar{x}=94.5\%, s=0.0267, RSD=2.82\%$$

4 结论

由方法学考察结果可知,以薄层层析-紫外分光光度法测定熄风通脉冲剂中黄芩甙的含量,方法简便可靠,重现性,精密度,加样回收率均好,为准确的黄芩甙含量检测方法,可用于进行熄风通脉冲剂的质量控制。

(收稿:1998-03-20)

薄层扫描法测定心肌灵胶囊中人参皂甙 R_{g1} 的含量

王兆华 张大军 杜桂芝

赵全成 杨映霞 孙立文

(吉林省中医中药研究院 长春 130021)

李欣(东方先锋制药有限公司 130021)

心肌灵胶囊是由人参、黄芪、黄精、麦冬、丹参和苦参组成的中药复方制剂。具有补心气养心阴,活血通脉的作用。人参^[1]为方中君药,人参皂甙 R_{g1} 是其主要有效成分之一。为控制成品的质量,用薄层扫描法测定了心肌灵胶囊中人参皂甙 R_{g1} 的含量。

1 仪器、样品及试剂

CS-930 双波长扫描仪(日本岛津),定量毛细管(日本),人参皂甙 R_{g1} 对照品(购于北京生物制品检定所),心肌灵胶囊(本院药厂提供),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

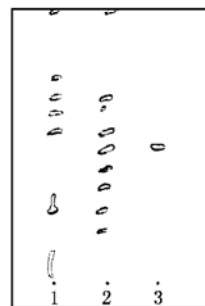
2.1 对照品溶液的配制 精密称取人参皂甙 R_{g1} 对照品,置量瓶中,用甲醇制成0.5mg/ml的溶液,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液及缺人参阴性对照液的制备 精密称取本品内容物2g,置索氏提取器中,加甲醇适量回流提取至无色。提取液浓缩至干。残渣以30ml水溶解,继用水饱和正丁醇萃取5次,每次15ml,合并正丁醇萃取液,以0.3mol正丁醇饱和的NaOH溶液萃取洗至中性。正丁醇液蒸干,残渣以甲醇溶解并定容至5ml的量瓶中,作为供试品溶液;另按制备工艺制备缺人参阴性对照药,并按上法制备成缺人参阴性对照液。

2.3 薄层层析及显色方法 硅胶G薄层板(青岛海洋化工厂);展开剂用氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置的下层溶液^[1];显色剂用10%硫酸乙醇溶液,喷洒后105℃加热5min,在薄层板上覆盖同样大小的干净玻璃板,四周用胶带固定。

2.4 薄层扫描条件 $\lambda_s=540\text{nm}$, $\lambda_R=700\text{nm}$ 双波长反射式锯齿扫描,狭缝 1.2×1.2 , $S_X=3$ 。

2.5 阴性对照实验 取供试品溶液,缺人参阴性对照液及人参皂甙 R_{g1} 对照品溶液各4 μl ,分别点于同一块薄层板上,按前述条件展开,显色,结果表明,供试品溶液在与人参皂甙 R_{g1} 对照品相应位置上有相同斑点,缺人参阴性对照液无此斑点,见下图。



阴性对照实验薄层层析图

1. 缺人参阴性对照液

2. 供试品溶液

3. 人参皂甙 R_{g1} 对照品溶液

2.6 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液1,2,3,4,5 μl ,分别点于同一块薄层板上,按前述条件展开,显色,扫描测定,以峰面积积分为纵坐标,点样量为横坐标进行回归。在0.5~2.5 μg 范围内,线性关系良好。回归方程 $Y=21222.1x-2580.5$, $r=$