

# 复智胶囊质量的定性定量研究

刘杰<sup>1</sup>, 杨子光<sup>2</sup>, 刘红<sup>3</sup>, 都恒青<sup>1</sup>, 马云枝<sup>1</sup>

(1 河南省中医药研究院, 郑州 450004; 2 河南省药品检验所, 郑州 450003;

3 河南中医学院中药系, 郑州 450000; 4 河南中医学院一附院, 郑州 450000)

**摘要:** 本文采用薄层色谱法对复智胶囊中的何首乌、黄芪、葛根和川芎进行鉴别; 并用薄层扫描法对方中君药何首乌所含的大黄素进行了含量测定。结果表明, 本法重现性好, 专属性强, 可作为本品的质控标准。

**关键词:** 复智胶囊; 薄层扫描法; 大黄素

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(1999)05-0019-03

## Studies on the Quality Standard of Fuzhi Capsule

LIU Jie, YANG Zi-guang, LIU Hong, DU Heng-qing, MA Yun-zhi

(Henan Academy of TCM. & Materia Medica, Zhengzhou, 450004)

**Abstract:** Polygoni multiflori radix, astragalus root, pueraria root and chuang-xiong rhizome in Fuzhi capsule were identified by TLC analysis. The contents of emodin in the prescription were determined by the method of thin-layer chromatography scanner.

**Key words:** Fuzhi capsule; Emodin

复智胶囊是由制何首乌、黄芪、川芎、葛根、山茱萸和茯苓等 10 味中药加工制成的硬胶囊。用于治疗肾虚型、痰阻型老年痴呆症, 有良好疗效。为了制定本品的质量标准, 对本品中何首乌、黄芪、川芎和葛根进行了薄层色谱鉴别, 并对君药何首乌的主要成分大黄素采用薄层扫描法测定含量, 结果满意。

### 1 仪器与试药

薄层扫描仪 TLC SCANNER II, 薄层点样仪 Nanomat II, 定量毛细管(均为瑞士 CAMAG 产品)。葛根素、黄芪甲甙和大黄素对照品及川芎对照药材(中国药品生物制品检定所)。复智胶囊(河南中医学院一附院药厂)。硅胶 G(青岛海洋化工厂)。所用试剂均为分析纯。

### 2 鉴别试验

**2.1 川芎的鉴别** 取本品内容物 3g, 置具塞锥形瓶中, 加石油醚(60~90℃) 20ml, 室温浸渍 1h, 并时时振摇, 滤过, 滤液浓缩至 2ml, 作为供试品溶液。另取川芎对照药材

0.3g, 同法制得对照药材溶液。模拟处方与工艺, 制成缺川芎阴性样品, 按供试品溶液制备方法制得川芎阴性对照液。吸取供试品溶液和川芎阴性对照液各 10 $\mu$ l, 对照药材溶液 2 $\mu$ l, 按药典<sup>[1]</sup>鉴别(3)项下方法鉴别(见图 1)。

**2.2 葛根的鉴别** 取本品内容物 3g, 加甲醇 20ml 超声处理 20min, 滤过, 滤液浓缩至 5ml, 作为供试品溶液。另取葛根素对照品, 加甲醇制成 1mg/ml 的对照品溶液。模拟处方比例及工艺制成缺葛根样品, 按供试品溶液制备方法制得葛根阴性对照液。吸取上述 3 种溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 使成条状, 以氯仿-甲醇-水(7:3:0.25)为展开剂, 展开。置紫外灯(365nm)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条斑。而阴性对照液在相应位置上, 无相同的荧光条斑<sup>[1]</sup>。(见图 2)

**2.3 黄芪的鉴别** 取本品内容物 3g, 置索氏提取器中, 加甲醇 50ml, 水浴回流 3h, 提

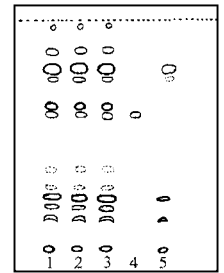
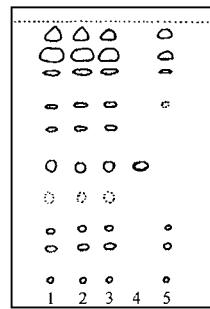
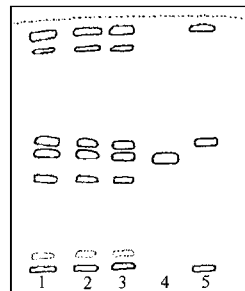
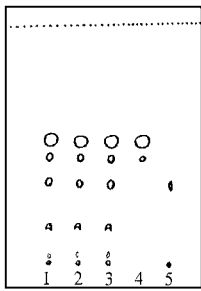


图1 川芎的薄层鉴别图

图2 葛根的薄层鉴别图

图3 黄芪的薄层鉴别图

图4 何首乌的薄层鉴别图

1~3. 供试品

1~3. 供试品

1~3. 供试品

1~3. 供试品

4. 川芎对照药材

4. 葛根素对照品

4. 黄芪甲甙对照品

4. 大黄素对照品

5. 川芎阴性对照

5. 葛根阴性对照

5. 黄芪阴性对照

5. 何首乌阴性对照

取液挥去甲醇,残渣加水 30ml 分次溶解,用水饱和的正丁醇提取 3 次(20、20、15ml),合并正丁醇液,水洗 2 次,每次 20ml,弃去水层,正丁醇液再以氨试液洗涤 3 次(20、20、10ml),弃去氨水层,丁醇液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪甲甙对照品,加甲醇制成 0.57mg/ml 的对照品溶液。模拟处方比例与工艺,制成缺黄芪样品,按供试品溶液制备方法制得黄芪阴性对照液。吸取供试品溶液、阴性对照液各 10 $\mu$ l,对照品溶液 4 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(13 : 7 : 2)10 C 以下放置分层的下层液为展开剂,展开。喷以 10%硫酸乙醇溶液,于 105 C 烘约 5min。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,日光下显相同的棕褐色斑点,紫外光灯(365nm)下斑点为橙黄色<sup>[2]</sup>。而阴性对照色谱中则无相应的斑点。(见图 3)

**2.4 何首乌的鉴别** 吸取“3 含量测定”项下的供试品溶液、大黄素对照品液和何首乌阴性对照液各 5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(15 : 2 : 1)分层的上层液为展开剂,展开。置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上显相同的黄色荧光斑点;氨熏后,可见光下斑点变红色。而阴性对照色谱中则无相应斑点。(见图 4)

### 3 含量测定

**3.1 供试品溶液的制备** 取本品内容物 6g,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇 50ml 水浴回流 4h,至提取液近无色。提取液挥干溶剂,残渣加水 20ml 分次溶解,转移至具塞锥形瓶中,加盐酸 2ml,闭塞,置沸水浴加热 30min,冷却,用乙醚提取 5 次(20、20、15、15、15ml),合并乙醚液,回收溶剂,残渣加甲醇溶解并定容于 5ml 量瓶中,即得。

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取大黄素对照品,加甲醇制成 0.103mg/ml 的对照品溶液。

**3.3 薄层色谱及扫描条件** 采用硅胶 G 板,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(15 : 2 : 1)放置分层的上层液为展开剂,展开,取出,晾干后扫描。光源为钨灯,双波长线性扫描, $\lambda_s = 445\text{nm}$ , $\lambda_R = 700\text{nm}$ ,狭缝 0.4mm $\times$ 4mm。

**3.4 扫描波长的选择** 对薄层板上大黄素对照品斑点和供试品色谱中相应的斑点,分别在 400~700nm 范围内进行光谱扫描,结果二者均在 445nm 处有最大吸收,而在 700nm 处无吸收。故确定测定波长  $\lambda_s$  为 445nm,参比波长  $\lambda_R$  为 700nm。

**3.5 线性关系的考察** 精密吸取对照品溶液 1、2、3、4、5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述条件测定,以点样量为横坐标,以斑点峰面积积分值为纵坐标,得回归方程:

$$Y = 96.36 + 2874.95x \quad r = 0.9995$$

**3.6 稳定性实验** 吸取供试品溶液  $10\mu\text{l}$  点于薄层板上, 展开后测定大黄素斑点峰面积, 每隔  $0.5\text{h}$  测定一次, 结果大黄素峰面积积分值在  $2.5\text{h}$  内稳定,  $\bar{x} = 745.1$ ,  $RSD = 2.9\%$  ( $n = 6$ )

**3.7 阴性干扰实验** 模拟处方比例与工艺, 制成缺何首乌的样品, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照液。吸取供试品溶液和何首乌阴性对照液各  $10\mu\text{l}$ , 大黄素对照品溶液  $5\mu\text{l}$ , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 展开, 扫描。结果供试品在与对照品相应位置有吸收峰, 而阴性对照在此位置无吸收峰。(见图 5)

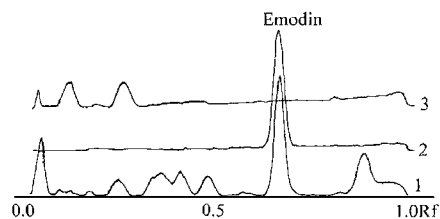


图 5 薄层扫描图

1. 供试品 2. 大黄素对照品 3. 何首乌阴性对照

**3.8 精密度考察** 吸取供试品溶液  $10\mu\text{l}$ , 共 5 份, 分别点于同一薄层板上, 展开后测定大黄素斑点的峰面积, 结果  $\bar{x} = 691.2$ ,  $RSD = 1.1\%$  ( $n = 5$ )

**3.9 重现性考察** 取同一批样品 5 份, 按含量测定方法分别测定, 结果  $\bar{x} = 16\mu\text{g/g}$ ,  $RSD = 1.5\%$  ( $n = 5$ )

**3.10 回收率实验** 精密称取已知含量的样品 4 份, 分别精密加入浓度为  $0.051\text{mg/ml}$  的大黄素对照品溶液, 按含量测定法操作, 并计算回收率。结果平均加样回收率为  $96.9\%$ ,  $RSD = 1.6\%$  ( $n = 4$ )

**3.11 样品测定** 对本品三批样品, 按上述方法试验, 吸取供试品溶液  $10\mu\text{l}$ , 对照品溶液  $1\mu\text{l}$  与  $5\mu\text{l}$ , 分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 测定结果 961023、961029 和 970227 三批样品中大黄素含量分别为  $16$ 、 $18$ 、 $15\mu\text{g/g}$ 。

## 4 讨论

**4.1** 对葛根的鉴别, 我们参照文献方法, 以氯仿-甲醇-水 ( $7.5 : 2.5 : 0.25$ ) 为展开剂, 结果供试品色谱中, 葛根素条斑与一浅蓝色条斑重叠, 干扰鉴别。调整该展开剂比例为 ( $7.5 : 3 : 0.25$ ), 则葛根素条斑与上述浅蓝色条斑分离, 适于鉴别。

**4.2** 鉴别黄芪时, 以甲醇提取, 再转溶于正丁醇, 依次以水, 氨试液洗涤正丁醇提取液, 除去杂质的干扰, 使黄芪甲甙斑点清晰。

**4.3** 通过实验找到适于制何首乌鉴别和含量测定的薄层色谱条件。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典[M]. 一部. 广州: 广东科学技术出版社, 1995. 30, 296
- [2] 洒丽明. 蚂蚁乙肝宁冲剂中黄芪甲甙的薄层扫描定量[J]. 中成药, 1997, 19(1): 15

(收稿日期: 1998-12-22)