

糖君康口服液质量标准的研究

闫小平, 丁 会, 匡 颖(中国中医研究院西苑医院, 北京 100091)

摘要: 采用薄层色谱法对制剂中的牡丹皮、葛根、丹参、黄连进行定性鉴别; 采用薄层扫描法对制剂中的黄芪甲甙进行定量。结果: 定性鉴别能从样品中检出以上各药的斑点。含量测定黄芪甲甙在 0.25~1.75 μg 有良好的线性关系, 回收率为 97.04%。

关键词: 糖君康口服液; 黄芪甲甙; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)01-0014-02

Studies on Quality Control of Tangjungkang Oral Liquid

YAN Xiaoping, DING Hui, KUANG Ying

(Xiyuan Hospital, China Academy of TCM, Beijing 100091)

Abstract: The TLC methods were used to identify *contex moutan*, *radix puerariae*, *radix salvia miltiorrhizae* and *rhizoma coptidis* in *Tangjungkang* oral liquid. The content of astragaloside IV was determined in the prescription by TLC scanning. The method was linear within the range from 0.25 μg to 1.75 μg with an average recovery of 97.04%.

Key words: Tangjungkang oral liquid; astragaloside IV; TLC scanning

糖君康口服液(称样品, 批准文号京卫药健字(1996)第0284号)是由黄芪、葛根、牡丹皮、黄连、丹参、知母、天花粉7味中药组成, 经提挥发油、乙醇提取, 水煎煮制成的新药, 具有益气养阴、清热化痰之功效。本文对该样品建立了黄芪中黄芪甲甙(Astragaloside

IV)的薄层扫描法含量测定。此方法重现性好, 灵敏度高。

1 仪器、试剂和样品

CS-9301型薄层扫描仪(日本岛津), 定量毛细管(Drammod Scientific Co 美国); 高效硅胶G板(购自烟台化工研究所); 试剂均

为分析纯;对照品黄芪甲甙、丹皮酚、葛根素、丹参酮IIA、盐酸小檗碱(中国药品生物制品检定所);样品(本院制剂室提供)。

2 薄层鉴别

2.1 牡丹皮 供试品溶液的制备 取样品30 ml,置分液漏斗中,用乙醚提取2次,每次20ml,合并乙醚液,挥干,残渣加丙酮1ml溶解,作为供试品溶液^[1]。在与对照品相同位置显相同颜色斑点,阴性对照无斑点。

2.2 葛根 供试品溶液的制备 取样品10 ml,水浴上加热浓缩成稠膏状,稍冷后,于搅拌下加入无水乙醇10ml,充分搅拌并冷至室温,过滤,滤液浓缩至1ml,作为供试品溶液。鉴别法同[1],在与对照品相同位置显相同颜色斑点,阴性对照无斑点。

2.3 丹参 供试品溶液的制备 取样品30 ml,水浴蒸干,研成粉末,置于沙氏提取器中,加乙醚100ml,50℃水浴回流3h,放冷,滤过,挥干,残渣用醋酸乙酯溶解,滤过,定容至0.5ml,作为供试品溶液。鉴别法同[1],在与对照品相同位置显相同颜色斑点,阴性对照无斑点。

2.4 黄连 供试品溶液的制备 取样品10ml,水浴挥干,加甲醇5ml置水浴上加热回流15min,滤过,滤液补加甲醇使成5ml,作为供试品溶液。鉴别法同[1],在与对照品相同位置显相同颜色斑点,阴性对照无斑点。

3 含量测定

3.1 测定条件 高效硅胶G板,展开剂氯仿-甲醇-水(65:35:10)下层溶液^[2],显色剂10%硫酸乙醇溶液,双波长反射法锯齿扫描, $\lambda = 510\text{nm}$, $\lambda_R = 610\text{nm}$, $S_X = 7$, $\Delta Y = 0.2\text{mm}$, $\text{slit} = 0.4\text{mm} \times 0.4\text{mm}$ 。

3.2 空白 制备全方缺黄芪的空白阴性样品,依法制成空白溶液,测定,见图1。

3.3 线性关系 精密吸取黄芪甲甙溶液(0.5mg/ml) 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 μl 点于同一硅胶G薄层板上,按3.1条件展开,显色,扫描,测定。以黄芪甲甙浓度

为横坐标,样品峰面积为纵坐标,得回归方程为 $Y = 216.91x - 17.92$, $r = 0.9960$ 表明黄芪甲甙从0.25~1.75 μg 有良好的线性关系。见图2。

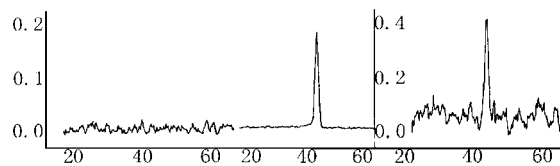


图1 阴性样品薄层扫描图 图2 对照品薄层扫描图 图3 样品薄层扫描图

3.4 精密度试验 吸取黄芪甲甙溶液(0.5mg/ml) 2 μl ,点5个斑点在同一薄层板上,展开,显色,扫描测定,得峰面积值。 $\bar{x} = 512.589$, $RSD = 1.46\%$ ($n = 5$),证明仪器精密度与操作精密度较好。

3.5 稳定性试验 按3.1方法,同一斑点间隔0.5~1h扫描,得 $\bar{x} = 513.978$, $RSD = 1.21\%$, ($n = 5$)证明黄芪对照品在3h内稳定。

3.6 重复性试验 取951016批号样品,按样品含量测定方法,进行5次平行实验,测得黄芪甲甙 $\bar{x} = 1.840\text{mg/ml}$, $RSD = 1.38\%$, ($n = 5$)证明实验方法重现性良好。

3.7 回收率试验 采用加样回收试验方法,吸取951016样品3ml,加一定量对照品,用上述方法提取层析,扫描测定回收率,得 $\bar{x} = 97.04\%$, $RSD = 1.26\%$ ($n = 5$)。

3.8 样品溶液制备 精密量取样品5.0 ml,置分液漏斗中,用0.15mol/L氢氧化钠饱和正丁醇提取4次,(5, 5, 3, 3ml)合并正丁醇液,用0.15mol/L氢氧化钠液洗涤3次,每次10ml,弃去碱液,正丁醇液蒸干,残渣加无水甲醇使溶解,定量转移至2ml容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

3.9 测定方法 吸取供试品溶液1 μl ,对照品溶液0.5, 1 μl 分别交叉点于同一高效硅胶G薄层板上,依上法展开,取出、晾干,浸以10%硫酸乙醇溶液,取出,在105℃烘5min,至斑点清晰,取出,在薄层板上盖以同样大小玻璃板,周围用胶布固定,置薄层扫描仪上扫描,测量供试品峰面积与对照品峰面积,用外

标两点法计算, 即得。见图 2, 3。

3.10 测定结果, 见表 1。

表 1 样品黄芪甲甙含量测定

样品	\bar{x} (mg/10ml)	RSD (%)
951012	1.892	1.02
951016	1.840	1.38
951017	1.786	0.98

4 黄芪药材含量测定

精密称取黄芪粗粉 4g, 加甲醇 30ml, 称定重量, 加热回流提取 2h, 放冷后, 称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 以干燥滤纸过滤, 弃去初滤液, 精密量取续滤液 15ml, 蒸干, 残渣加水 5ml 溶解。依上法样品含量测定法进行测定, 结果见表 2。

表 2 黄芪中黄芪甲甙含量测定

样品	\bar{x} (%)	RSD (%)
1	0.094	2.3
2	0.100	1.9
3	0.095	2.1

5 讨论

黄芪为方中君药, 黄芪甲甙为主要成分之一, 但其含量普遍较低, 干扰成分复杂。另外使用硫酸显色剂, 灵敏度高, 显色背景干扰大, 所以在用甲醇提取, 再用 0.15mol/l 氢氧化钠饱和正丁醇液萃取, 碱水液洗涤, 使黄芪甲甙在 TLC 图谱中形状整齐, 分离干净, 薄层扫描含量测定又可得到稳定的结果。其它 4 味中药薄层鉴别, 经多次实验, 选择其较佳制备工艺, 展开条件, 均分离成功, 色谱清晰, 分别进行空白试验, 均无干扰。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 广州: 广东科技出版社. 化学工业出版社, 1995. 147, 296, 63, 273
- [2] 鲁静, 王宝琴. 黄芪甲甙的薄层扫描法测定[J]. 中成药, 1992, 14(6): 34

(收稿日期: 1999-05-25)