

慢支固本冲剂质量标准的研究

裘飞君* 沈德潮 孙筑平 (浙江新光制药厂, 嵊县 312400)

摘要 采用薄层色谱法, 对慢支固本冲剂中的当归、白术进行了鉴别, 并用薄层扫描法测定了黄芪甲甙的含量。鉴别专属性强, 定量重现性好, 其平均回收率为 98.32% (CV = 2.75%)。

关键词 慢支固本冲剂 黄芪甲甙 白术当归 薄层扫描法

慢支固本冲剂为正在研制的三类新药, 由黄芪、当归、白术等几味中药组成, 用于治疗慢性支气管炎及预防呼吸道感染。为控制质量, 我们对其检测方法进行了研究。

1 试药与仪器

黄芪甲甙、当归及白术对照品由中国药品生物制品检定所提供, 慢支固本冲剂样品由本厂提供。大孔吸附树脂 D₁₀₁ (天津骨胶厂)。

岛津 CS-920 薄层扫描仪

2 鉴别

2.1 当归 取冲剂一包 (6 g), 加乙醇 10 ml, 超声处理 20 min, 取上清液作为供试品液; 另取缺当归对照冲剂 4.5 g, 当归对照药材 1 g, 同法制得当归阴性液及对照液。取上述三种溶液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以正己烷-醋酸乙酯 (9:1) 为展开剂, 展开 10 cm, 取出晾干, 置紫外灯 (365

nm) 下观察, 供试液与对照液在相应位置上显相同的亮蓝色荧光斑点。(见图 1)

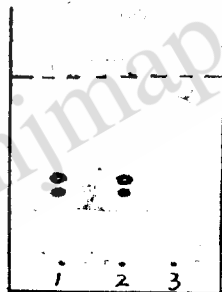


图 1

1. 样品
2. 当归对照品
3. 当归阴性样品

裘飞君, 男, 27岁, 1988年毕业于浙江医科大学药系, 助工。

2.2 白术^[1]取冲剂6 g,加水30 ml溶解,离心,上清液用石油醚(沸程60—90°C)萃取二次,每次25 ml,合并醚液浓缩至约1 ml,作为供试液;另取缺白术对照冲剂4.5 g,5 g白术对照药材的水煎液,同法制得白术阴性液及白术对照液。取三种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶G板上,以正己烷-苯-醋酸乙酯(14:3:3)为展开剂,展开,取出,晾干,用碘蒸汽薰至斑点清晰,供试液与白术对照液在相应位置上显相同的棕黄色斑点。(见图2)

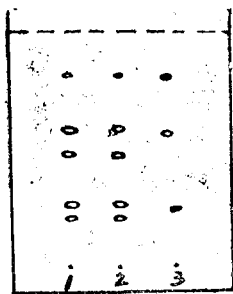


图2

1. 样品
2. 白术对照品
3. 白术阴性样品

3 黄芪的含量测定^[2,3,4]

3.1 试验条件 薄层板:硅胶G60 g加水180 ml研匀,用自动铺板仪铺20×20 cm板8块,晾干后,105°C活化30 min,备用。展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)下层液。显色剂:香草醛-硫酸试剂(3 g香草醛溶于100 ml乙醇中,加0.5 ml硫酸即得,临用新配)。

仪器参数:双波长 $\lambda_s=460\text{ nm}$, $\lambda_R=510\text{ nm}$,反射法锯齿扫描,狭缝 $1.2\times 1.2\text{ mm}$,SX=3。

3.2 线性关系 精密称取黄芪甲甙对照品加甲醇制成1 mg/ml的标准液,吸取1、2、3、4、5、6 μl,分别点于同一薄层板上,按试验条件展开,显色,扫描测定,得回归方程

$$Y = 5.1617 + 0.2324x, r = 0.9995$$

3.3 稳定性试验 取黄芪甲甙对照液2 μl,点于薄层板上,展开,晾干,显色,每间隔20 min测定一次,发现在2 h内测定结果较稳定。

3.4 样品的提取及测定 精密称取冲剂2 g,加5 ml水溶解,加入到已处理好的大孔吸附树脂D₁₀₁柱内,先加水洗至无色,继用1% NaOH洗至无色,复用水洗至中性,最后用正丁醇洗柱,控制流速

($<2\text{ ml/min}$),收集醇液100 ml,用1% NaOH液20 ml洗二次,再用20 ml饱和氯化钠溶液洗涤,将醇液挥干,用甲醇定容至2 ml。取此样品液与黄芪甲甙对照液各2 μl,4 μl,间隔点于同一薄板上,按试验条件展开、显色、测定,结果见表1,(图3)。

表1 样品含量测定结果

(n=3)

样品批号	910513	920105	920928
含量(%)	0.045	0.038	0.042
CV %	2.41	2.72	1.83



图3

1、3为样品

2、4为黄芪甲甙对照品

3.5 回收率测定 取缺黄芪冲剂2 g,加黄芪甲甙对照液按样品液同法提取测定,结果见表2。

表2 回收率测定结果

加入量(mg)	1.64	1.64	2.34	2.34	2.34
测得值(mg)	1.58	1.57	2.27	2.36	2.38
回收率(%)	96.34	95.73	97.01	100.85	101.71

$$\bar{x} = 98.32\% \quad CV\% = 2.75$$

3.6 重现性试验 将批号为920415的样品,精密称取2 g,按样品法测定,重复四次,结果测得其含量平均值为0.037%,CV=4.27%。

4 讨论

黄芪甲甙为三萜皂甙类化合物,实验证明它可被大孔吸附树脂吸附,并被正丁醇洗脱,将黄芪甲甙柱洗液再经溶液萃取,可使黄芪甲甙薄层分离效果较好,氢氧化钠洗涤液经薄层分离未见有黄芪甲甙的斑点。

参 考 文 献

- 1 王燕生, 游保成. 四君子汤的研究. 中成药研究, 1985, (11):33
- 2 李连达, 何夏秋. 高效薄层扫描法测定中风脑脉通口服液中黄芪甲甙的含量. 中国中药杂志, 1991, 16(2):90
- 3 曹正中, 俞家华, 陈萍. 黄芪注射液中黄芪甲甙的薄层光密度法测定. 药物分析杂志, 1988, 8(3):176
- 4 何侃, 王惠康. 近年来黄芪及其同属近缘植物的化学成分研究进展. 药学学报, 1988, 23(11):873

收稿日期: 1993—04—12

Study on Quality Standards of Manzhiguben Granules

Qiu Feijun, Shen Dechao, Sun Zhuping

(Zhejiang Xinguang Pharmaceutical Factory, Shengxian 312400)

Abstract In this study, the authors identified *Radix Angelicae Sinesis* and *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* in Manzhiguben granules with TLC and determined the content of Astragaloside IV with TLC scanner. The identification had good specialization and the control determination was found to be of good reproducibility. Its average recovery was 98.32%. The coefficient of variation was 2.75%.

Key words Manzhiguben granules *Radix Angelicae Sinesis* *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae*
Astragaloside IV TLC scanner