

## 冠舒注射液的薄层色谱鉴别及含量测定

马秀琛 张 岩 辛 杰 马德林 谢海燕<sup>1</sup>

(济南军区总医院, 济南 250031)

**摘要** 报道了冠舒注射液中葛根和元胡的薄层色谱鉴别结果, 方法简便。并用分光光度法对其总黄酮的含量进行了测定, 以便控制产品质量, 结果可靠、重现性好。三批样品含量分别为8.783、7.906和8.134 mg/ml。

**关键词** 葛根; 元胡; TLC鉴别; 总黄酮; 含量测定

冠舒注射液是我院临床应用近二十年的急症用中药制剂, 用于心肌梗塞、冠心病患者的治疗及抢救, 效果卓著。为了更好地控制产品质量, 确保临床用药安全有效, 我们对其主药葛根和元胡进行了薄层层析鉴别, 并对其总黄酮的含量进行了测定。

### 1 材料与仪器

冠舒注射液样品(批号950104、940508和940824)自制。

葛根、元胡对照药材(市售), 经马德林主任药师鉴定, 70°C干燥, 制成粗粉。

葛根素、延胡索乙素和芦丁对照品均购于中国药品生物制品检定所。

薄层板(10 cm×10 cm)为含0.5% CMC-Na的硅胶G(青岛海洋化工厂)板, 自制, 阴干, 110°C烘烤30', 备用。

HANAU 荧光分析仪(德国)

53W UV/VIS 分光光度计(上海光学仪器厂)

所用试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 葛根的薄层色谱鉴别

取样品5ml 作为供试品溶液。称取葛根10g 及按处方组成除去葛根的空白对照药25g 模拟样品工艺分别制成葛根对照药材溶液及其空白对照溶液各2ml。另取葛根素对照品2.10mg, 加乙醇溶解并定容于2ml 容量瓶中, 作为对照品溶液。吸取上述四种溶液各2μl, 分别点于同一薄层板上, 以正丁醇—氨水(1→5)—甲醇(5:2:1.5)为展开剂,

展开, 展距约9cm, 取出, 晾干, 于荧光灯365nm 下检视, 供试品与对照药材色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的蓝色荧光斑点, 而空白对照品中无此斑点, 说明葛根的鉴别不受其它组分的干扰。结果见图1。

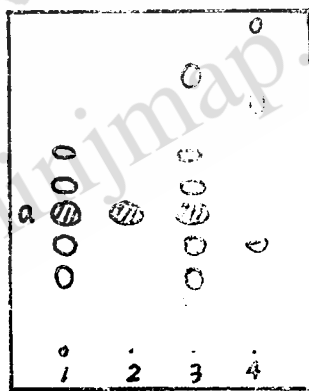


图1 冠舒注射液中葛根的TLC图谱

1 供试品 2 葛根素对照品 3 葛根对照药材  
4 空白对照 a 蓝色荧光

#### 2.2 元胡的薄层色谱鉴别

**2.2.1 供试品溶液的制备** 量取样品30ml, 加氨水2ml, 摇匀, 加乙醚(50, 30ml×2)萃取, 合并萃取液, 水浴蒸干, 用乙醇溶解并定容于1ml 容量瓶中, 作为供试品溶液。

**2.2.2 元胡对照药材及空白对照溶液的制备** 取元胡药材5g 及按处方组成除去元胡的空白对照药

30 g 模拟工艺制成元胡对照药材溶液及空白对照溶液各 2 ml。

2.2.3 对照品溶液的制备 称取延胡索乙素对照品 2.1 mg, 加乙醇溶解并定容于 2 ml 容量瓶中, 作为对照品溶液。

2.2.4 薄层层析 吸取上述四种溶液各 4  $\mu$ l, 分别点于同一薄层板上, 以石油醚-醋酸乙酯(2:1.7)为展开剂<sup>[1]</sup>, 层析缸中放一盛氨水的小烧杯, 展开, 展距 9 cm, 取出, 晾干, 置碘蒸气中显色 10 S, 挥去碘, 于荧光灯 365 nm 下检视, 供试品与对照药材色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的亮黄绿色荧光斑点, 而空白对照品中则无此斑点, 同样说明元胡不受其它组分的干扰。结果见图 2。

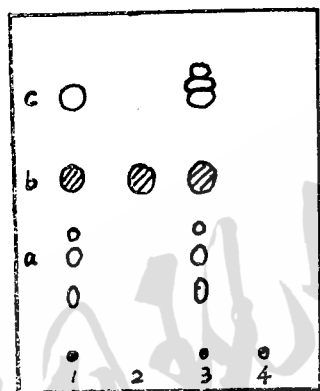


图 2 冠舒注射液中元胡的TLC图谱

1 供试品 2 延胡索乙素对照品 3 元胡对照药材  
4 空白对照 a 黄色荧光 b、c 亮黄绿色荧光

## 2.3 含量测定

2.3.1 标准曲线的绘制 精密称取120 $^{\circ}$ C干燥至恒重的芦丁对照品 25.8 mg, 加甲醇溶解于 25 ml 容量瓶中并加至刻度。精密吸取 10 ml 于 50 ml 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 放置 1 h。分别吸取 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 ml 于 25 ml 容量瓶中, 分别加 5% 亚硝酸钠溶液 1 ml, 摇匀, 放置 6 min, 再加 10% 硝酸铝溶液 1 ml, 摇匀, 放置 6

min, 加 4% 氢氧化钠溶液 10 ml, 加水 稀释至刻度, 摇匀, 放置 15 min, 以第一管为空白, 在 500 nm 处测定吸收度。以吸收度 A 对浓度 C 进行线性回归, 结果在 4.128~49.536  $\mu$ g/ml 范围内成良好的线性关系。回归方程为  $C = 88.167A + 1.467$ ,  $r = 0.9998$  ( $n = 6$ )。

2.3.2 样品测定 精密吸取样品 1 ml, 置 250 ml 容量瓶中, 按标准曲线项下操作, 稀释至刻度。同法做空白对照, 测定样品的吸收度, 代入标准曲线方程中, 计算总黄酮的含量。结果三批样品总黄酮含量分别为: 8.783  $\pm$  0.121, 7.906  $\pm$  0.132 和 8.134  $\pm$  0.0944 mg/ml。

2.3.3 加样回收率实验 精密吸取已知含量的样品液 1 ml, 加水稀释至 100 ml, 取出 1 ml 6 份, 加上述芦丁对照品溶液 2 ml、4 ml、6 ml 置于 50 ml 容量瓶中, 同法测定含量, 计算回收率, 结果表明, 平均回收率为 98.9%, CV = 1.23%。

## 3 讨论

葛根和元胡均采用对照药材、空白对照与样品同法进行薄层层析, 结果显示, 被检成分不受其它药物干扰, 说明该方法具有专属性。

本文采用荧光检视, 斑点清晰, 易于判断。元胡的检视明显优于药典法<sup>[2]</sup>, 且薄层板放置较长时间, 荧光斑点仍然很清晰。若葛根的荧光强度减弱, 氨熏 3~5 min 即可复原, 便于观察。

该制剂是由葛根为主药制成的中药注射剂。葛根主含黄酮类化合物。经对该制剂进行定性分析, 证明含有黄酮类化合物, 故以芦丁为对照, 测定了其总黄酮的含量, 方法简便, 结果稳定, 重现性好, 可较好地控制产品质量。

## 参 考 文 献

- 1 王宝葵. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京, 中国医药科技出版社, 1994. 125
- 2 药典委员会编. 中国药典一部. 北京, 人民卫生出版社, 1990. 116

收稿日期: 1995-06-13

## Identification by TLC and Assay by Spectrophotometry of Guanshu Injection

Ma Xiu-jing, Zhang Yan, Xin jie, Ma De-lin, Xie Hai-yan

(Jinan General Hospital of the PLA, Jinan 250031)

**Abstract:** This paper reports the results of the identification of Radix Puerariae and Rhizoma Corydalis in the Guanshu Injection by TLC. The method is simple. We also determined its total flavones content by spectrophotometry. The results are stable. The total flavones content in three batches of samples are respectively 8.783, 7.906 and 8.134 mg/ml.

**Key words:** Guanshu Injection, Radix Puerariae, Rhizoma Corydalis, TLC, Total flavones, Assay

(on page 37)