

表4 回收率试验

样品中岩白菜素的总量(mg)	加入岩白菜素的量(mg)	测出岩白菜素的量(mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.5482	0.55	1.072	95.24		
0.5390	0.55	1.073	97.09		
0.5379	0.55	1.065	95.84	96.33	0.85
0.5515	0.55	1.086	97.18		
0.5394	0.55	1.069	96.28		

2.2.9 成品含量测定

按上述方法对 10 批样品进行了测定, 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。本品按干燥品计算, 含岩白菜素(C₁₄H₁₆O₉)不得少于 30mg/袋。

表5 样品测定结果

批号	岩白菜素含量(mg/袋)	平均含量(mg/袋)	RSD%
20040701	43.34		
20040702	41.85		
20040703	42.55		
20040704	41.08		
20040705	44.02		
20040706	40.53	42.918	0.79
20070707	43.01		
20040801	44.60		
20040802	44.25		
20040803	43.95		
市售样品	40.05		

3 讨论

含量控制指标的选择 在含量中曾考虑过通过测定垂盆草中异鼠李素 -3-7-0-D 葡萄糖苷的含量, 来控制产品质量, 参考相关文献垂盆草中该成分的含量极低, 且异鼠李素 -3-7-0-D 葡萄糖苷对照品无处购买, 需自提取, 这样既增加了产品成本, 又给检测带来不便。因此, 采用控制矮地茶中岩白菜素的含量作为衡量复方垂盆草颗粒的质量指标。

参考文献

- [1] 复方垂盆草冲剂质量标准[S]. 部颁标准 21 册, 第七册 27-128。
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(2005 版 部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 148-149。
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(2005 版 部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 251-251。
- [4] 任凤霞. 垂盆草化学成分及药理作用研究进展[J]. 现代中药研究与实践, 2003, 17(1): 58-59。
- [5] 朱文荣. 复方垂盆草冲剂质量标准研究[J]. 中成药, 2003, 25(6): 456-459。
- [6] 姚关东等. 护肝宁片的薄层色谱鉴别[J]. 齐鲁药事, 2004, 23(8): 25-26。
- [7] 王青等. 治喘贴质量标准研究[J]. 中成药, 2002, 24(2): 101-103。
- [8] 杨怀镜等. HPLC 法测定岩白菜素和复方岩白菜素片的含量[J]. 中国药事, 2003, 17(3): 171-172。
- [9] 张文珠等. 中药岩白菜素的反相高效液相色谱分析[J]. 分析科学学报, 2003, 19(6): 525-527。
- [10] 何树芸等. HPLC 法测定抗癆胶囊及矮地茶中岩白菜素的含量[J]. 西北药学杂志, 2003, 18(6): 254-255。

收稿日期 2008-07-04

灯盏生脉胶囊的鉴别研究

赵 芳 付金凤

哈尔滨圣泰制药股份有限公司(150025)

摘要 目的:完善灯盏生脉胶囊的薄层鉴别。方法:采用薄层鉴别以野黄芩苷、五味子乙素为对照品。结果:供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。结论:方法专属、斑点清晰、分离度好,可用于灯盏生脉胶囊的薄层鉴别。

关键词:灯盏生脉胶囊;灯盏细辛;五味子

中图分类号:R286 文献标识码:A 文章编号:1006-2882(2009)02-130-02

Study on Identification of Dengzhan Shengmai Capsules

Zhao Fang, et al

Harbin shengtai Pharmaceutical CO.,Ltd,(150025)

Abstract Objective: Perfect TLC scutellarin of Dengzhan Capsules identification. Methods: TLC used to wild baicalin, Schisandrin B as reference substance. Results: Chromatography for the test, and reference substance in the corresponding location on chromatography, fluorescence was the same color

spots. Conclusion: Proprietary methods, dot clear separation of good and can be used for light beacon Shengmai Capsules TLC.

Key words: Dengzhan Shengmai capsules Erigeron Schisandraceae.

灯盏生脉胶囊由灯盏细辛、人参、五味子、麦冬组成,具有益气养阴、活血健脑之功效。临床上用于气阴两虚、淤阻脑络引起的胸痹心痛、中风后遗症、症见痴呆、健忘、手足麻木、冠心病心绞痛、缺血性心脑血管疾病、高血脂症见上述症候者。为更好控制产品内在质量,在对方中主药灯盏细辛、人参、五味子、麦冬进行了薄层鉴别。

1 仪器与材料

1.1 仪器 电子天平、超声波清洗器、层析用聚酰胺薄膜、薄层层析用硅胶 GF₂₅₄板、薄层层析用硅胶 G板。

1.2 试剂 均为分析纯

1.3 野黄芩苷对照品,批号 880-200601;五味子乙素对照品,批号 765-200704;人参 R_{g1}对照品,批号 0703-200621;人参皂苷 R_{b1}对照品,批号 704-200715;人参二醇对照品,批号 701-200609;人参三醇对照品,批号 702-200610;麦冬对照药材,批号 1013-200703(均购自中国药品生物制品检定所);灯盏生脉胶囊:云南生物谷灯盏花药业有限公司生产。

2 薄层鉴别

2.1 灯盏细辛的鉴别

参考“心脑血管胶囊^[1]”中方法进行鉴别,按此方法在酸性条件下以醋酸乙酯为萃取溶媒,分别制成供试品溶液及缺灯盏细辛阴性样品溶液,并用甲醇制备野黄芩苷对照品溶液,照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为聚酰胺薄膜,展开剂为醋酸,显色剂为紫外光灯(365nm)。供试品色谱中,在对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,缺灯盏细辛阴性样品色谱中在此位置上没有干扰,最后确定此方法为灯盏细辛的鉴别方法。

2.2 五味子的鉴别

参考“五味子质量标准^[2]”,用氯仿作萃取溶媒,分别制成供试品溶液、缺五味子阴性样品溶液,并用氯仿制备五味子乙素对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为硅胶 GF₂₅₄薄层板,展开剂为正己烷-醋酸乙酯(8:2),显色剂为紫外光灯(254nm)。结果,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,且阴性样品没有干扰,所以将其列入质量标准。

2.3 人参的鉴别

参考“灯盏生脉胶囊质量标准”,取氯仿萃取后的水溶液,用 NaOH 试液调 pH 值至 9,以水饱和的正丁醇为萃取溶媒,分别制成供试品和缺人参阴性样品溶液,并用甲醇制备人参皂苷 R_{g1}、R_{b1}对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为硅胶 G薄层板,展开剂为氯仿-甲醇-水(7:3:1)的下层溶液,显色剂为 5%硫酸乙醇溶液,置 105℃加热至斑点显色清晰。结果供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性样品在相应的位置上无此斑点,但背景干扰大。

参考“生脉饮质量标准^[3]”,用正丁醇为提取溶媒,蒸干

正丁醇液后,残渣用硫酸的 45%乙醇溶液(7→100)加热回流提取,挥去乙醇,用氯仿振摇提取,分取氯仿层,用无水硫酸钠脱水,滤过,滤液浓缩至约 1ml,分别制备供试品溶液和阴性样品溶液,并用无水乙醇制备人参二醇、人参三醇对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为硅胶 G薄层板,展开剂为环己烷-丙酮(2:1),显色剂为硫酸甲醛溶液(1→2),在 105℃加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,阴性样品在相应的位置上无此斑点,但背景干扰大。

2.4 麦冬的鉴别

参考“生脉饮质量标准”,在酸性条件下,用氯仿作萃取溶媒,分别制成供试品溶液、对照药材溶液和阴性样品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为硅胶 G薄层板,展开剂为氯仿-丙酮(4:1),显色剂为 10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰。供试品和阴性样品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性样品有干扰。

参考“儿康宁糖浆质量标准^[4]”,用水饱和的正丁醇为萃取溶媒,分别制成供试品溶液、对照药材溶液和阴性样品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为硅胶 G薄层板,展开剂为正丁醇-醋酸-水(4:1:1)的上层溶液,显色剂为 10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰。供试品和阴性样品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性样品有干扰。

参考“止咳橘红口服液质量标准^[5]”,在酸性条件下,用乙醚作萃取溶媒,分别制成供试品溶液、对照药材溶液和阴性样品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 B)试验,薄层层析板为硅胶 G薄层板,展开剂为氯仿-丙酮(4:1),显色剂为 10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰。供试品和阴性样品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性样品有干扰。

3 讨论

3.1 灯盏细辛薄层鉴别:斑点分离清晰,层析效果好,且阴性样品无干扰,可用于灯盏生脉胶囊的质量控制。

3.2 五味子薄层鉴别:斑点分离清晰,层析效果好,且阴性样品无干扰,可用于灯盏生脉胶囊的质量控制。

3.3 人参薄层鉴别:背景干扰大。

3.4 麦冬薄层鉴别:阴性样品有干扰。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 国家中成药标准汇编. 中成药地方标准上升国家标准部分. 内科心系分册[S]. 510.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2005 年版一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 48.

收稿日期 2008-08-12