

3.5 重现性的测定 取同 1 批样品,精密称定 5 份,依法独立测定,结果如下表:

表 3 重现性测定结果

编号	1	2	3	4	5
含量(mg/g)	9.9082	9.7665	10.1513	9.9447	9.8626

$\bar{x}=9.9267(\text{mg/g})$ $s=0.1422$ $RSD=1.43\%$

3.6 加样回收率的测定 取已知黄芩甙含量的供试品 2g(960618 黄芩甙含量为 9.5162mg/g),精密称定,加入黄芩甙对照品溶液 2ml(浓度为 1mg/ml),并按上述方法测定,计算其加样回收率,测定结果如下表。

表 4 加样回收率测定结果

编号	原有量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	19.03	2.00	20.90	93.5
2	19.03	2.00	20.86	91.5
3	19.03	2.00	20.96	96.5
4	19.03	2.00	20.99	98.0
5	19.03	2.00	20.89	93.0

$\bar{x}=94.5\%$, $s=0.0267$, $RSD=2.82\%$

4 结论

由方法学考察结果可知,以薄层层析-紫外分光光度法测定熄风通脉冲剂中黄芩甙的含量,方法简便可靠,重现性,精密度,加样回收率均好,为准确的黄芩甙含量检测方法,可用于进行熄风通脉冲剂的质量控制。

(收稿:1998-03-20)

薄层扫描法测定心肌灵胶囊中
人参皂甙 Rg₁ 的含量

王兆华 张大军 杜桂芝
赵全成 杨映霞 孙立文

(吉林省中医中药研究院 长春 130021)
李 欣(东方先锋制药有限公司 130021)

心肌灵胶囊是由人参、黄芪、黄精、麦冬、丹参和苦参组成的中药复方制剂。具有补心气养心阴,活血通脉的作用。人参^[1]为方中君药,人参皂甙 Rg₁ 是其主要有效成分之一。为控制成品的质量,用薄层扫描法测定了心肌灵胶囊中人参皂甙 Rg₁ 的含量。

1 仪器、样品及试剂

CS-930 双波长扫描仪(日本岛津),定量毛细管(日本),人参皂甙 Rg₁ 对照品(购于北京生物制品检定所),心肌灵胶囊(本院药厂提供),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

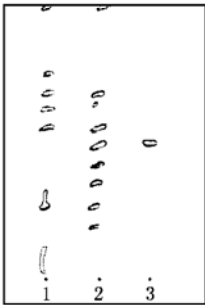
2.1 对照品溶液的配制 精密称取人参皂甙 Rg₁ 对照品,置量瓶中,用甲醇制成 0.5mg/ml 的溶液,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液及缺人参阴性对照液的制备 精密称取本品内容物 2g,置索氏提取器中,加甲醇适量回流提取至无色。提取液浓缩至干。残渣以 30ml 水溶解,继用水饱和正丁醇萃取 5 次,每次 15ml,合并正丁醇萃取液,以 0.3mol 正丁醇饱和的 NaOH 溶液萃取洗至中性。正丁醇液蒸干,残渣以甲醇溶解并定容至 5ml 的量瓶中,作为供试品溶液;另按制备工艺制备缺人参阴性对照药,并按上法制备成缺人参阴性对照液。

2.3 薄层层析及显色方法 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂);展开剂用氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置的下层溶液^[1];显色剂用 10%硫酸乙醇溶液,喷洒后 105℃加热 5min,在薄层板上覆盖同样大小的干净玻璃板,四周用胶带固定。

2.4 薄层扫描条件 $\lambda_s=540\text{nm}$, $\lambda_R=700\text{nm}$ 双波长反射式锯齿扫描,狭缝 1.2×1.2 , $S_X=3$ 。

2.5 阴性对照实验 取供试品溶液,缺人参阴性对照液及人参皂甙 Rg₁ 对照品溶液各 4 μ l,分别点于同一块薄层板上,按前述条件展开,显色,结果表明,供试品溶液在与人参皂甙 Rg₁ 对照品相应位置上有相同斑点,缺人参阴性对照液无此斑点,见下图。



阴性对照实验薄层层析图
1. 缺人参阴性对照液
2. 供试品溶液
3. 人参皂甙 Rg₁ 对照品溶液

2.6 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液 1,2,3,4,5 μ l,分别点于同一块薄层板上,按前述条件展开,显色,扫描测定,以峰面积积分值为纵坐标,点样量为横坐标进行回归。在 0.5~2.5 μ g 范围内,线性关系良好。回归方程 $Y=21222.1x-2580.5$, $r=$

0.9993。

2.7 稳定性实验 吸取供试品溶液点于薄层板上,按拟定的含量测定方法测定,每隔 30min 扫描 1 次,取 2.5h 测定结果,经统计学处理, $RSD=2.2\%$ 。

2.8 精密度考察 吸取人参皂甙 R_{g1} 对照品溶液点相同量于同一薄板上,测定 $RSD=1.97\%$,对照品溶液分别点相同量于 5 块薄层板上,测定 $RSD=2.84\%$ 。

2.9 重复性实验 对同 1 批 5 份样品,按拟定的方法,测定样品中人参皂甙 R_{g1} 的含量, $RSD=2.56\%$ 。

2.10 加样回收率实验 精密称取已测知含量的样品 5 份,精密加入人参皂甙 R_{g1} 对照品适量,按样品测定法进行测定,计算其结果。平均回收率为 98.14% , $RSD=1.67\%$ ($n=5$)。

2.11 样品的含量测定 吸取 5 批样品溶液 $4\mu\text{l}$,对照品溶液 $2\mu\text{l}$ 和 $4\mu\text{l}$,分别交叉点于同 1 硅胶 G 薄层板上,展开,显色,扫描,用外标两点法,计算样品中人参皂甙 R_{g1} 的含量,5 个数据从 $0.131\sim 0.142\text{mg/粒}$ 。

3 小结

人参皂甙 R_{g1} 含量测定应在显色 30min 后进行,可保证测定的峰面积值稳定。

样品以水饱和正丁醇萃取 5 次,可使样品中的人参皂甙 R_{g1} 提取完全,不损失。经在实验中摸索以 0.3mol 的正丁醇饱和 NaOH 溶液处理样品可除掉杂质且不影响样品的含量测定。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国药典. 一部. 广州:广东科技出版社、化学工业出版社,1995.5

(收稿:1998-03-16)

养心生脉颗粒治疗冠心病 心绞痛临床研究

张文浩 朱重光(河南省人民医院 郑州 450003)

冠心病心绞痛是内科常见病,属中医“胸痹”、“心痛”等范畴,我们在临床上应用养心生脉颗粒(河

南福林制药厂生产)治疗冠心病心绞痛气阴两虚、气滞血瘀型患者取得较好疗效,现总结如下。

1 临床资料

1.1 诊断标准

1.1.1 西医诊断标准 参照国际心脏病学会和协会及世界卫生组织临床命名标准化联合专题组报告《缺血性心脏病的命名及诊断标准》。

1.1.2 中医诊断标准 参照卫生部 1993 年颁布的《中药新药临床研究指导原则》。

1.1.3 中医辨证标准 气阴两虚、气滞血瘀型:胸痛或胸闷,心悸或气短,乏力,心烦或口咽干燥,或有胸胁胀满;舌苔偏红或紫暗,或有瘀斑、瘀点,舌苔少或无或花剥,脉沉细或沉弦或结代。

1.1.4 心绞痛轻重分级标准 参照 1979 年中西医结合治疗冠心病心绞痛及心律失常座谈会《冠心病心绞痛及心电图疗效评定标准》。

1.1.5 临床症状记分标准 根据临床症状程度制定量化标准,采用记分法。

1.2 病例选择

1.2.1 纳入病例标准 凡符合中、西医诊断标准及中医辨证标准,属心绞痛轻、中、较重者,可纳入观察病例。

1.2.2 排除病例标准 排除急性心肌梗塞、严重的风湿性心瓣膜病、风湿性冠状动脉炎、重度神经官能症、更年期综合征、颈椎病等引起的胸痛。

1.3 一般资料 本组共 90 例,随机分为治疗组 60 例,其中门诊 20 例,病房 40 例;男 32 例,女 28 例;年龄最大 65 岁,最小 34 岁;病程最长 15 年,最短 5d,按心绞痛分级轻度 33 例,中度 19 例,重度 8 例。对照组 30 例,其中门诊 10 例,病房 20 例;男 15 例,女 15 例;年龄最大 65 岁,最小 40 岁,病程最长 12 年,最短 1 个月;按心绞痛分级轻度 17 例,中度 8 例,重度 5 例。两组病人来源、性别、年龄、病程、病情轻重等均经统计学处理, $P>0.05$ 。

2 治疗方法

2.1 方药组成 人参、丹参、麦冬、五味子、木香、枸杞、佛手、郁金、牛膝、赤芍、茯苓、甘草。

2.2 服药方法 治疗组服用养心生脉颗粒,每次 1 包,每日 3 次,同时服用特制的无药效的冠心生脉口服液,每次 1 支,每日 3 次;对照组服用冠心生脉口服液,每次 1 支,每日 3 次,同时服用特制的无药效的养心生脉颗粒,每次 1 包,每日 3 次,均 1 月为 1 疗程,观察 1 疗程。