

• 药剂 •

胃炎消片的质量标准研究

黄月纯 (广州中医药大学第一附属医院, 广州 510405)

摘要: 采用 TLC 法对胃炎消片中黄芪、三七、白芍和黄连进行了定性鉴别, 并运用薄层扫描法测定人参皂苷 Rg1 的含量。其平均回收率为 98.8%, RSD 为 1.46%。

关键词: 胃炎消片; 人参皂苷 Rg1; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)05-0001-03

The Quality Control of *Weiyanyiao* Tablets

HUANG Yue-chun

(The First Affiliated Hospital, Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou, 510405)

Abstract: The qualitative identification of astragalus, radix notoginseng, radix paeoniae alba and rhizoma coptidis in *weiyanyiao* tablets were analyzed by TLC method. The contents of ginsenoside Rg1 were determined by TLC scanning method. The average recovery and relative standard deviation were 98.8% and 1.46% respectively.

Key words: *Weiyanyiao* Tablet; Ginsenoside Rg1; TLC scanning method

胃炎消片是由黄芪、三七、白芍和黄连等多味中药组成, 具有健脾益气、清热解毒、活血消胀之功效, 用于治疗胃炎、溃疡病(肠上皮化生不典型增生)。实验研究对大鼠胃癌亦有一定的抑制作用^[1]。本文采用 TLC 法对方中黄芪、三七、白芍和黄连进行了定性鉴别, 并运用薄层扫描法测定三七中人参皂苷 Rg1 的含量, 以控制产品质量。

1 仪器与试药

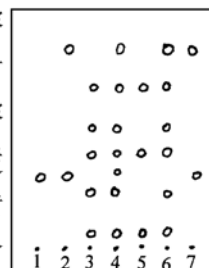
CS-9301 PC 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(日本); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 黄芪甲苷、人参皂苷 Rg1、人参皂苷 Rb1、三七皂苷 R1、芍药苷、盐酸小檗碱对照品, 黄芪、三七、白芍、黄连对照药材(中国药品生物制品检定所提供); 胃炎消片(本院制剂); 阴性样品(按处方工艺制得缺味样品); 所用化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别

2.1.1 黄芪与三七的鉴别 取本品 15 片, 除去糖衣, 研细, 加甲醇 50ml 水浴回流 2h, 滤过, 滤液水浴蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用 1% 氢氧化钠溶液洗涤 2 次, 每次 10ml, 正丁醇液再用正丁醇饱和的水洗涤 2 次, 每次 10ml, 正丁醇液水浴蒸干。残渣

加甲醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液; 另取黄芪对照药材 2g、三七对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液; 取缺黄芪、缺三七阴性对照适量, 同法制成阴性对照液; 再取黄芪甲苷适量加甲醇制成每 ml 含 1mg 的对照品溶液, 人参皂苷 Rg1、人参皂苷 Rb1、三七皂苷 R1 对照品适量, 加甲醇制成每 ml 各含 1mg 的混合对照品溶液。吸取对照品溶液、对照药材溶液、供试品溶液及阴性对照液各 4μl, 分别点于同一含 CMC-Na 硅胶 G 薄层板上, 以 [正丁醇-醋酸丁酯-水 (4:1:5) 上层液]-甲醇 (10:1) 为展开剂, 在氨蒸气饱和条件下展开 15cm, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 100~105℃烘烤数分钟至斑点显色清晰, 供试品在与对照品及对照药材相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 阴性无干扰, 结果见图 1。

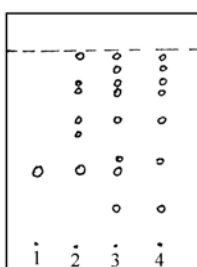


1. 黄芪甲苷 2. 黄芪
3. 缺黄芪阴性
对照 4. 样品
5. 人参皂苷 Rb1+
人参皂苷 Rg1+ 三
七皂苷 R1 6. 三
七 7. 缺三七阴性
对照

图1 黄芪及三七
TLC图谱

2.1.2 白芍的鉴别 取本品 15 片, 除去糖衣, 研细, 加甲醇 50ml 水浴回流 2h, 滤过, 滤液水浴蒸干, 残渣加水 20ml 使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用水洗涤 2 次, 每次 10ml, 正丁醇液水浴蒸至近 1ml, 加中性氧化铝适量

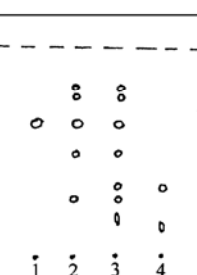
水浴上拌匀干燥,装入一预先填充好的中性氧化铝小柱(200目,1g,内径10mm)顶部,以醋酸乙酯-甲醇(1:1)30ml洗脱,收集洗脱液水浴蒸干,残渣加乙醇1ml使溶液,作为供试品溶液;另取白芍对照药材2g,同法制成对照药材溶液;取缺白芍阴性对照适量,同法制成阴性对照液;再取芍药苷对照品适量,加甲醇制成每ml含1mg的对照品溶液。吸取对照品溶液、对照药材溶液、供



1. 芍药苷 2. 白芍 3. 样品 4. 缺白芍阴性对照
图2 白芍 TLC图谱

试品溶液及阴性对照液各8μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)^[2]为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰,供试品在与对照品及对照药材相应的位置上,显相同颜色的斑点;阴性无干扰,结果见图2。

2.1.3 黄连的鉴别^[2] 取本品5片,除去糖衣,研细,加甲醇5ml水



1. 盐酸小檗碱 2. 黄连 3. 样品 4. 缺黄连阴性对照
图3 黄连 TLC图谱

浴加热回流15min,滤过,滤液用甲醇补至5ml,作为供试品溶液;另取黄连0.05g,同法制成对照药材溶液;取缺黄连阴性对照适量,同法制成阴性对照液;再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每ml含1mg的对照品溶液。吸取对照品溶液、对照药材溶液、供试品溶液及阴性对照液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3)为展开剂,在氨蒸气饱和层析缸内展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品在与对照品及对照药材相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;阴性无干扰,结果见图3。

2.2 人参皂苷 Rg1 的含量测定

2.2.1 扫描条件 双波长反射法锯齿扫描,根据试验结果选择测定波长:λ=525nm,λR=700nm, SX=3,狭缝0.4×0.4mm,灵敏度中。

2.2.2 标准曲线的制备 精密称取人参皂苷 Rg1对照品适量,加甲醇制成每ml含1.20mg的对照品溶液。用定量毛细管吸取上述对照品溶液1,2,3,4,5,6μl分别点于同一含0.2%CMC-Na硅胶G薄层板上,按样品含量测定项下方法展开,显色,扫描测定各斑点积分面积。以点样量(μg)为横坐标,以测得

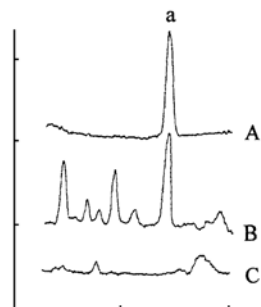
的积分面积为纵坐标,得人参皂苷 Rg1 回归方程为: Y=371.69+654.08X r=0.9979。表明人参皂苷 Rg1 在1.2~7.2μg之间,线性关系良好。

2.2.3 精密度试验 分别在同一薄层板上点5个2μl的上述对照品溶液,测得人参皂苷 Rg1 的积分面积平均值为1781.828, RSD为1.99%,表明同板精度较好;在不同的薄层板上点上述对照品溶液2μl,共5块板,各斑点积分面积的平均值为1766.288, RSD=3.16%,表明异板精密度尚好;再分别对点样量为2μl同一对照品斑点重复扫描5次,结果人参皂苷 Rg1 的积分面积平均值为1775.079, RSD为1.53%,表明仪器精密度良好。

2.2.4 稳定性试验 在同一硅胶G板上点上述对照品溶液2μl,展开,显色后,分别在0,30,60,90,120,150min对同一对照品斑点进行扫描,结果人参皂苷 Rg1 的积分面积平均值为1770.412, RSD为3.39%,表明人参皂苷 Rg1 均在显色后2.5h内较稳定。

2.2.5 重现性试验 精密称取同批样品5份,按供试品溶液的制备和测定项下平行试验,测得样品中人参皂苷 Rg1 的平均含量为0.182mg/片, RSD为3.25%。

2.2.6 阴性干扰试验 取缺三七阴性对照适量,按供试品溶液制备的方法制得空白对照液,在同一薄层板上分别点人参皂苷 Rg1 对照品溶液(1.15mg/ml)、供试品溶液及阴性对照液各4μl,按样品测定项下的方法展开,显色,扫描,结果阴性对照对测定均无干扰,见图4。



a. 人参皂苷 Rg1 A. 对照品 B. 样品 C. 缺三七阴性对照
图4 人参皂苷 Rg1 薄层扫描图

2.2.7 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品适量,精密加入一定量的人参皂苷 Rg1 对照品,按供试品溶液的制备和测定项下操作,结果见表1。

表1 人参皂苷 Rg1 加样回收率测定结果

样品号	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.894	0.884	1.751	97.0		
2	0.901	0.884	1.767	98.0		
3	0.895	0.884	1.787	100.9	98.8	1.46
4	0.879	0.884	1.754	99.0		
5	0.863	0.884	1.737	98.9		

2.2.8 供试品溶液的制备和测定 取本品除去糖衣,精密称定,研细,精密称取约10片的量,装入滤纸筒内,置索氏提取器中,加乙醚适量提取至近无

色,弃去乙醚液,滤纸筒挥去乙醚后加甲醇 40ml 浸泡过夜,再加甲醇适量提取至无色,提取液水浴蒸干。残渣用 20ml 水微热使溶液,用水饱和的正丁醇提取 5 次(20ml × 3, 15ml × 2),合并正丁醇提取液,用 1% 氢氧化钠洗涤 3 次(10ml × 3),再用正丁醇饱和的水洗涤 3 次(10ml × 3),正丁醇液水浴蒸干。残渣加甲醇使溶解,定量转移至 2ml 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。另精密称取人参皂苷 Rg1 对照品适量,加甲醇制成每 ml 含 1.15mg 的对照品溶液。精密吸取供试品溶液 4μl,对照品溶液 2μl 与 4μl,分别交叉点于同一含 0.2% CMC-Na 硅胶 G 薄层板上,以[正丁醇-醋酸丁酯-水(4:1:5)上层液]-甲醇(10:1)为展开剂,在浓氨水饱和条件下展开 15cm,取出,晾干。喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 100~105℃ 烘烤 5~7min 至斑点显色清晰,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定。双波长反射法锯齿扫描测定供试品与对照品积分面积,用外标两点法计算,结果见表 2。根据含量测定结果,暂定人参皂苷 Rg1 含量不得少于 0.110mg/片。

表 2 样品测定结果(n=3)

批号	含量(mg/片)	RSD(%)
980919	0.167	1.89
990416	0.129	2.79
991104	0.148	2.14
000112	0.183	3.44
000330	0.179	3.11

3 讨论

3.1 由于黄芪甲苷与三七中皂苷结构相似,采用常规自制的含 CMC-Na 硅胶 G 薄层板分离效果不佳,通过对文献^[3]采用的展开剂[正丁醇-醋酸丁酯-水(4:1:5)]上层液,在浓氨水饱和条件下二次展开进行改进,结果人参皂苷 Rg1 与相邻斑点分离度较好,利于含量测定。样品用正丁醇萃取后再用 1% 氢氧化钠处理,可排除背景干扰,得到清晰的图谱。

3.2 供鉴别白芍用的供试品溶液的制备,需经过中性氧化铝处理,否则背景干扰严重。

参考文献:

- [1] 李茹柳,陈蔚文,劳绍贤.胃炎消抗大鼠胃癌的实验研究[J].中药新药与临床药理,1998,9(3):155.
- [2] 中华人民共和国药典[S].一部.广州:广东科学技术出版社,1995.86,273.
- [3] 黄月纯,屠宝英,熊颖,等.痢宁片的质量标准研究[J].中国实验方剂学杂志,2000,6(2):10.

蒙药地格达-4 散剂无机化学成分的含量测定

刘乐乐¹,罗素琴¹,周炎勋²,巴俊杰¹,王建华¹

(1. 内蒙古医学院,呼和浩特 010059;

2. 呼和浩特市防疫站,呼和浩特 010050)

地格达-4 又称肋柱花四味汤散,由肋柱花、黄连、栀子、瞿麦等四味药组成,粉碎成中粉,过筛、混匀,即得。本品为灰黄色粉末,味苦。功能清“协日”,凉血,调糟归精。用于血热相搏,肝胆热,咽喉肿疼,口渴烦躁^[1]。为进一步探索蒙药中无机元素在药中的含量和存在状态与健康及疾病的关系,本文测定了其无机化学成分。

1 材料与方法

1.1 材料、仪器、试剂 地格达-4 散剂由国家蒙药制剂中心内蒙古中蒙医医院提供。原子吸收分光光度计 AA-670 (日本岛津)。所用化学试剂均为优级纯。

1.2 方法 将样品于 80℃ 烘干至恒重,精密称取 5.000g 至 250ml 锥形瓶中,加入 50ml 硝化液放置过夜。将此样品放置于电热板加热硝化至样品无色。冷却定容于 50ml 容量瓶中,并作空白对照待测。

2 结果

地格达-4 散剂中无机化学成分的含量及测定分析条件见附表。

地格达-4 散剂中无机化学成分的含量及测定分析条件

	Pb	Cu	Zn	Cd	Fe	Mn	Ca	Mg
地格达-4 (μg/g)	2.93	11.85	60.40	0	1254.84	74.70	14950.50	3630.98
波长 (nm)	283.3	324.8	213.9	228.8	248.3	279.5	422.7	285.2
狭缝 (nm)	1.0	0.5	0.5	0.3	0.2	0.4	0.5	0.5
灯电流 (mA)	5	3	4	4	8	5	6	4

3 讨论

从表中可看出地格达-4 散剂中化学成分无机元素的含量对人体有益的元素从高到低的排列顺序 Ca> Mg> Fe> Mn> Zn> Cu。对人体有害的铅含量比较低,镉未测出。

地格达-4 散剂中对人体有益的无机成分含量比较高,与其药性理论相一致,可能在疾病的治疗过程中起到了一定的作用。而有害成分铅的含量很低,镉未测出。可见由于用药中起到毒害作用很小,安全性好。蒙药有悠久的药用历史,蒙药成分的研究也正在逐步深入,但就其化学成分与其临床药用的疗效有待于更进一步的探讨。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国卫生部药品标准. 蒙药分册[S]. 北京:化学工业出版社,1998.91.