

对照溶液(b):精密量取对照溶液(a)1.0mL加水稀释至50.0mL。

对照溶液(c):精密量取对照溶液(b)5.0mL加水稀释至10.0mL,每1mL相当于0.4 μ g的NO₂⁻。

样品溶液配制:精密称取样品0.20g,加水适量超声30分钟,放冷,加水稀释至10.0mL,滤过,取续滤液注入色谱仪,记录色谱图。

3 结果

3.1 方法的线性关系 分别量取对照溶液(b)适量,加水制成0.04 μ g/mL,0.08 μ g/mL,0.12 μ g/mL,0.16 μ g/mL,0.20 μ g/mL,0.40 μ g/mL和0.80 μ g/mL的溶液,测定,结果在0.04~0.80 μ g/mL浓度范围内峰面积与浓度呈线性关系,回归方程: $Y=5.9927C-0.1243$ $r=0.9995$ 。

3.2 加样回收率试验 对照溶液配制:同对照溶液(c)。

分别精密量取对照溶液(b)1.6mL、1.8mL和2.0mL各三份,置10mL量瓶中,分别加入样品0.20g,加水适量超声振摇30分钟,加水稀释至刻度,滤过,取续滤液测定,平均回收率为99.21%, $RSD=1.7\%$ ($n=9$)。

次数	1	2	3	4	5	平均	RSD(%)
NO ₂ ⁻ 峰面积	54.689	55.201	56.793	55.707	55.625	55.603	1.40

3.3 重复性试验 取对照溶液(c)进行测定,连续进样5次,记录峰面积,计算RSD。

3.4 精密度试验 取本品一批(批号:03040201),测得精密度 $RSD=5.65\%$ 。

3.5 最低检出限 最低检出浓度为0.04 μ g/mL, $S/N=4.8$

3.6 样品测定 取样品溶液和对照溶液(c)分别进样分析,计算样品中检测出的NO₂⁻残留的量。

样品测定结果

批号	含量(ppm)
03010201	5.81
03040202	2.84
03040903	4.32

4 讨论

4.1 本法为微量检查,溶液中高浓度的样品和其他大分子物质对电极有钝化作用,测定时应保持电极的灵敏。

4.2 样品溶液经固相萃取,除去格列奇特和其他大分子物质,更有利于测定。

4.3 流动相的pH对峰形的影响,用pH值为5的流动相测定,结果NO₂⁻峰有拖尾,用pH值3~5的流动相测定,结果NO₂⁻峰前移,影响分离效果。

收稿日期:2003-10-28

女宝胶囊的薄层鉴别方法探讨

魏春芬, 陈金泉, 巴小翠, 王玲华(东营市药品检验所, 山东 东营 257091)

摘要 目的:建立女宝胶囊的TLC鉴别方法,保证其临床应用安全有效。方法:用TLC法鉴别女宝胶囊中的红花、当归、川芎、白芍、陈皮。结果:TLC色谱中均能明显地检出红花、当归、川芎、白芍、陈皮。薄层色谱斑点清晰,专属性强,阴性对照无干扰。结论:该法简便可行,重现性好,为女宝胶囊质量控制提供了方法。

关键词 女宝胶囊;薄层鉴别;定性分析

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)06-0362-03

The research of TLC indentification method of Nubao capsules

WEI Chun-fen, CHEN Jin-quan, BA Xiao-cui, WANG Ling-hua(Dongying Institution for Drug Control, Dongying 257091, China)

ABSTRACT OBJECTIVES:To establish the TLC method of Nubao capsules, and ensure the safety and effect of clinical application. **METHODS:** *Flos Carthami*, *Radix Angelicae Sinensis*, *Rhizoma Chuanxiong*, *Radix Paeoniae Alba*, *Pericarpium Citri Reticulatae* were identified by TLC. **RESULTS:** *Flos Carthami*, *Radix Angelicae Sinensis*, *Rhizoma Chaunxiong*, *Radix Paeoniae Alba*, *Pericarpium Citri Reticulatae* could be detected by TLC. This method was strong specificity and the blank test showed no interference. **CONCLUSION:**The methods are simple, sensitive and accurate with good reproducibility. The methods may be used for quality control of Nubao capsules.

KEY WORDS Nubao capsules; TLC; quality analysis

女宝胶囊系由红花、当归、川芎、白芍、陈皮等 45 味中药组成,其中当归、红花等 24 味药加水煎煮、浓缩成膏,其余 21 味药粉碎成细粉,过筛,与以上浓缩膏混匀,干燥,粉碎成颗粒,干燥制成的胶囊剂,具有调经止血、温经止带,逐瘀生新之功效,用于月经不调,行经腰腹痛,四肢无力,带下,产后腹痛。该成药载入《部颁标准》中药成方制剂第五册,只有性状和胶囊剂的通则检查。为保证本品质量,我们对方中的量大、起主要作用的红花、当归、川芎、白芍、陈皮进行了薄层定性鉴别,获得了满意的效果,为女宝胶囊标准的制定提供了依据。

1 仪器与试剂

1.1 对照药材、对照品与试药 红花、当归、川芎、白芍、芍药苷、橙皮甙均由中国生物制品检定所提供。硅胶 G 60 型、硅胶 H 均为青岛海洋化工厂生产,且均为薄层层析用。薄层板为自行机械涂板,105℃活化 20min,试剂均为分析纯。

1.2 样品 中国吉林今来药业有限公司提供。

1.3 阴性对照液的制备 按处方比例及药味除去被测药味,按成药生产工艺及供试品溶液的制备方法制备,即得。

2 定性分析

2.1 红花的鉴别^[1] 取本品胶囊 6 粒,加 80% 丙酮溶液 5mL,密塞,振摇 20 分钟,静置,过滤,取滤液 1mL,作为供试品溶液。另取红花对照药材 0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》一部附录 VIB)试验,吸取供试品 10μL,对照药材溶液 5μL,阴性对照液 10μL,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 H 薄层板上,以醋酸乙酯-甲酸-水-甲醇(7:2:3:0.4)为展开剂,展开,取出,晾干。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰。(见图 1)。

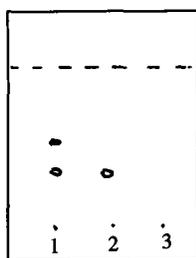


图 1 红花的薄层色谱图

1 - 样品; 2 - 红花对照药材溶液; 3 - 阴性对照液

2.2 酒白芍的鉴别^[2] 取本品胶囊 10 粒,加乙醇

10mL,密塞,振摇 5min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1mL,使溶解,作为供试品溶液。另取芍药苷对照品,加乙醇制成每 1mL 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》一部附录 VIB)试验,吸取供试品 10μL,对照品溶液 5μL,阴性对照液 10μL,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)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 的香草醛硫酸溶液,加热至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝紫色斑点。阴性对照无干扰。(见图 2)。

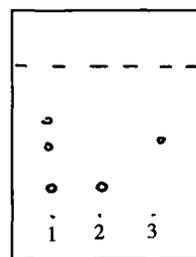


图 2 芍药苷的薄层色谱图

1 - 样品; 2 - 芍药苷对照品溶液; 3 - 阴性对照液

2.3 当归的鉴别^[3] 取本品胶囊 10 粒,加乙醇 5mL,振摇 20min,静置,取上清液作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》一部附录 VIB)试验,吸取供试品溶液 10μL,对照药材溶液 5μL,阴性对照液 10μL,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以石油醚-醋酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下观察,供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。阴性对照无干扰。(见图 3)。

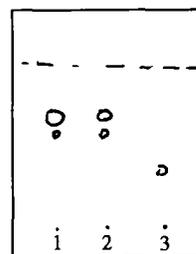


图 3 当归的薄层色谱图

1 - 样品; 2 - 当归对照药材溶液; 3 - 阴性对照液

2.4 川芎的鉴别^[4] 取本品 10 粒,加乙醚 10mL,加热回流 1h,滤过,滤液挥干,残渣加醋酸乙酯 2mL 使溶解,作为供试品溶液。另取川芎对照药材 0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(《中

《中国药典》一部附录 VIB) 试验, 吸取上述两种溶液及阴性对照液各 $10\mu\text{L}$, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷 - 醋酸乙酯 (9 : 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 (365nm) 下视察, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。阴性对照无干扰。(见图 4)。

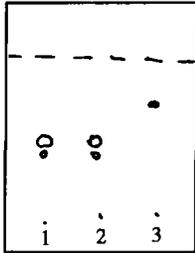


图 4 川芎的薄层色谱图

1 - 样品; 2 - 川芎对照药材溶液; 3 - 阴性对照液

2.5 陈皮的鉴别^[5] 取本品 10 粒, 加甲醇 10mL, 加热回流 20min, 滤过, 取滤液 5mL, 浓缩至约 1mL, 作为供试品溶液。另取橙皮甙对照品, 加甲醇制成饱和溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法 (《中国药典》一部附录 VIB) 试验, 吸取供试品溶液及阴性对照液各 $10\mu\text{L}$, 对照品溶液 $2\mu\text{L}$, 分别点于同一用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯 - 甲醇 - 水 (100 : 17 : 13) 为展开剂, 至约 3cm, 取出, 晾干, 再以甲苯 - 醋酸乙酯 - 甲酸 - 水 (20 : 10 : 1 : 1) 的上层溶液为展开剂, 取出, 晾干, 喷以 10% 三氯化铝甲醇溶液, 置紫外光灯 (365nm) 下视察, 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。阴性对照无干扰。(见图 5)。

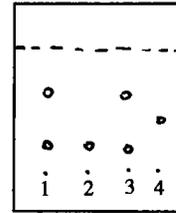


图 5 陈皮的薄层色谱图

1 - 样品; 2 - 橙皮甙对照品溶液;

3 - 陈皮对照药材溶液; 4 - 阴性对照液

3 讨论

3.1 女宝胶囊质量抽查中, 性状、水分、卫生学检验都有不合格者, 因没有定性定量指标, 其中药味组成按原标准检验更是难以控制, 必须提高质量标准。

3.2 女宝胶囊主药多以活血化瘀为主。方中红花为君药, 川芎、当归、白芍、陈皮均具有很好的活血、养血、行气、化淤功效, 是起主要作用的药味。本文对以上五味主药进行了多次薄层实验, 重现性好, 结果准确, 能够较好地控制女宝胶囊质量, 保证其临床用药安全有效。

参考文献:

- [1] 中国药典. 2000 年版. 一部[S]. 2000. 119.
- [2] 山东省中药炮制规范[M]. 山东: 友谊出版社, 2002. 53.
- [3] 卫生部药品标准. 中药制剂, 第十九册[S]. 85.
- [4] 中国药典 2000 年版. 一部[S]. 2000. 30.
- [5] 中成药中的药材薄层色谱鉴别[M]. 北京: 人民卫生出版社. 328.

收稿日期: 2003 - 10 - 28

聚类分析法在龟板鉴别中的应用

胡清宇 (浙江省温州市药品检验所, 浙江 温州 325028)

摘要 目的: 建立一种新的龟板鉴别方法。**方法:** 以龟板各盾片比值为量化指标, 用聚类分析法进行聚类。**结果:** 本方法与传统的方法完全吻合。无需特殊仪器, 可排除人为干扰。**结论:** 该方法相对结构辨析方法有明确的界线, 为龟板的分类和鉴别提供了新思路。

关键词 聚类分析法; 龟板; 鉴别检查

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006 - 0111 (2003) 06 - 0364 - 04

龟板为常用中药, 在《神农本草经》中被列为上品, 具有滋阴潜阳, 益肾强骨, 养血补心的功效^[1]。其来源药典规定为龟科动物乌龟 (*Chinemys reevesii*) 的背甲和腹甲^[2]。目前, 对其鉴别主要有: 性状^[3]、显微、理化、化学成分含量测定^[4]等, 这些方法均麻烦费时, 且对其性状的描述

比较模糊, 没有明确的界线, 因此对于其真伪的辨析有时难以把握。本文利用龟板各盾片比值为量化指标, 进行聚类, 结果令人满意。

1 材料及仪器

1.1 材料 来源见表 1。

1.2 仪器 游标卡尺; PC 机。