

## 复方大青叶合剂中绿原酸 TLC 方法改进

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

**摘要** 目的:对复方大青叶合剂中绿原酸的鉴别方法进行改进。方法:将展开剂中各组分的比例,醋酸乙酯-甲醇-水(10:2:3)改为醋酸乙酯-甲醇-水(10:4:6),结果判断由先在紫外灯(365nm)下观察荧光后,再置氨气中熏,显相同的黄色斑点,改为先置氨气中熏后再在紫外灯(365nm)下观察荧光。在室温10℃~30℃,相对湿度30%~70%进行考察。结果:薄层色谱斑点清晰,易于判断。

**关键词** 复方大青叶合剂;绿原酸;展开剂;比移值

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2003)06-0360-02

## The improvement of TLC identification method of chlorogenic acid in Fufang Daqingye Heji

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

**ABSTRACT OBJECTIVE:** To improve the judgement method of Chlorogenic acid in Fufang Daqingye Heji.

**METHODS:** To change the eluant of ethyl acetate - methanol - water form (10 : 2 : 3) to (10 : 4 : 6) and change the turns by smoked the thin layer in ammonia first and then observe the fluresence under the ultraviolet rays lamp (365nm) instead of the common turns of observation first ,smoke second. They show the same yellow spot, under the condition of 10 to 30 degrees centigrade and relative humidity 30 to 70 percent. **RESULTS:** The TLC spots is clear and is easy to check out.

**KEY WORDS** Fufang Daqingye Heji; chlorogenic acid; eluant; RF valoue

复方大青叶合剂是国家二级中药保护品种,收载于部颁标准《中药成方制剂第十六册》。具有疏风清热、解毒消肿、凉血利胆之功效。用于感冒发热头痛,咽喉红肿,耳下肿痛,胁痛黄疸等症状及流感、腮腺炎、急性病毒性肝炎见有上述症状者,是临床上常用的中成药。在薄层鉴别项下,绿原酸的鉴别中,因其比移值太小,成分有干扰,结果难以判断。针对上述问题,通过大量实验考察,对绿原酸的 TLC 鉴别方法进行改进,从而提高了色谱鉴别质量,得到了较为满意的结果。

### 1 实验材料:

药品:复方大青叶合剂(山东环中制药厂,030105,030548,00407;山东菏泽健民中药厂030225,030228,0304142,030323,0303091,030107;泰安红旗制药厂030417;山东鲁银颐和药业有限公司,030212;鲁润华济人堂,021113)共12批。

绿原酸对照品:由中国药品生物制品检定所提供。

硅胶G:青岛海洋化工厂(薄层层析用),所用试剂均为分析纯。

薄层层析板的制备:取硅胶G,加水以1:3的比例混合均匀,用涂铺器铺于10cm×20cm的玻璃板上,厚度为0.4mm,阴干,在110℃活化30min,于硅胶干燥器中保存备用。

### 2 实验方法:

**2.1 供试品溶液的制备** 取本品10mL,用醋酸乙酯提取4次,每次10mL,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇1mL使溶解,作为供试品溶液。

**2.2 对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品,加甲醇制成每1mL含1mg的溶液,作为对照品溶液。

**2.3 薄层条件与结果判断** 分别吸取上述溶液各4μL,点于同一硅胶G板(厚度为0.4mm),以醋酸乙酯-甲醇-水(10:4:6)上层液为展开剂,展开,取出,晾干,置氨气中熏后,置紫外灯(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。

**2.4 原标准项下薄层条件与结果判断** 吸取上述溶液各4μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-甲醇-水(10:2:3)上层液为展开剂,展

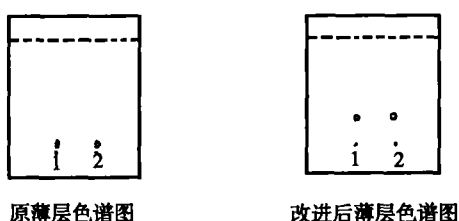
开,取出,晾干,置紫外灯(365nm)下检视:供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,置氨气中熏后,显相同的黄色斑点。

### 3 实验结果

在上述两种薄层条件下分别进行实验(温度、相对湿度一致),结果见下表:

药厂	生产批号	原方法中的比移值	改进后的比移值
山东环中制药厂	030105	0.08	0.29
泰安红旗制药厂	030417	0.07	0.28
菏泽健民中药厂	030225	0.08	0.29
鲁银颐和药业	030212	0.09	0.30
鲁润华济人堂	021113	0.08	0.28

增加了比移值,斑点清晰,易于判断。



原薄层色谱图

改进后薄层色谱图

薄层色谱图样品

1. 供试品溶液 2. 对照品溶液

### 4 讨论

由于绿原酸结构式为 3-咖啡酰奎宁酸(其结构为 OC1=CC=C(C=C1)OC(=O)C2=CC(=C(C=C2)O)O[C@@H]3[C@@H](O)[C@H](OC(=O)C4=CC=CC=C4O)[C@H](O)[C@H]3O),具有一定的极性。分离

极性物质,以硅胶作为吸附剂时,吸附越牢,比移值越小。原方法中,绿原酸的比移值很小( $<0.1$ ),影响结果的判断。根据“相似相溶”原理,新方法增加了极性溶剂的比例量,将原展开剂中)醋酸乙酯-甲醇水(10:2:3)改为醋酸乙酯-甲醇-水(10:4:6),增加了展开剂的极性。同时,先用氨气熏后,置紫外灯下检视效果要比先置紫外灯下检视,后置氨气中熏的效果好,因氨熏后,可排除其它成分的干扰。

笔者曾对上述几个厂家的产品共计 20 余批,按步骤 2、3 严格操作,结果均一致,可见改进后的方法有效,重现性好,结果容易判断。

### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准中药成方制剂第十六册(保护品种分册一)[S].1998,107.
- [2] 中国药典.2000 年版,一部[S]:2000.
- [3] 徐本明.现代薄层色谱法技术指南[M].1997.10.

收稿日期:2003-10-28

## 格列齐特中亚硝酸盐的电化学测定法

陈龙珠, 向智敏, 贾 飞(浙江省药品检验所, 浙江 杭州 310004)

**摘要** 目的:建立用高效液相-电化学(ECD)检测法测定格列齐特中亚硝酸盐( $\text{NO}_2^-$ )的残留量。方法:阳离子色谱柱,以醋酸盐缓冲液(pH 为 4.3)为流动相,流速 1.0mL/min。结果:线性范围 0.04~0.8 $\mu\text{g}$ , $r=0.9995$ ,重复性试验  $RSD=1.4\%$ ( $n=5$ )。回收率为 99.2%, $RSD=1.7\%$ ( $n=9$ )。结论:方法灵敏,简便,结果准确。

**关键词** 高效液相-电化学测定法;格列奇特;亚硝酸盐

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2003)06-0361-02

随着生活水平的提高,糖尿病人越来越多。格列奇特为一降糖药,正大量使用,但其制备工艺中可能存在的亚硝酸盐对人体有致癌作用,必要时需要进行控制。本文探索用 HPLC-ECD 检测法对  $\text{NO}_2^-$  进行测定,方法简便,灵敏,结果准确。

### 1 仪器与试剂

AgiLent 1100 液相色谱仪,HP-1049A 电化学检测器(参比电极  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ ,电压 0.8v,灵敏度 0.1 $\mu\text{A}$ )

格列奇特由九州制药有限公司提供,批号:

03040201,03040202,03040203

亚硝酸钠为分析纯试剂,水为重蒸馏水。

### 2 方法

**2.1 色谱条件** HypersiL-SAX 色谱柱(250 mm × 4.6  $\mu\text{m}$  5 $\mu$ );流动相:称取 13.61g 醋酸钠,加水 1 000mL 使溶解,用磷酸调节 pH 至 4.3;流速 1.0mL/min。

**2.2 测定方法**

**2.3 溶液配制** 对照溶液(a):精密称取亚硝酸钠 60.0mg,加水溶解并定量稀释至 1 000mL。