

# 改进薄层色谱法鉴别西洋参的真伪

★ 刘建明<sup>1</sup> 汤小波<sup>2</sup> 熊立新<sup>3</sup> (1.南昌大学医学院研究生部 南昌 330006;2.江西省药品检验所 南昌 330029;3.江西医学院上饶分院 上饶 334000)

**关键词:**西洋参;薄层色谱法;鉴别

**中图分类号:**R 927.2 **文献标识码:**B

薄层方法鉴别西洋参的标准收载于中国药典 2005 年版一部。在执行该质量标准时发现其薄层色谱项存在着一些问题,我们通过反复试验,发现方法改进后可以更好地鉴别西洋参及人参,克服了按中国药典方法鉴别西洋参一定要配制各种标准品的缺点,对硅胶和展开剂反复调配,此方法操作简单、快速、结果容易判断。

## 1 仪器与药品

西洋参:天津格斯宝西洋参制药有限公司产品,批号:20050305;人参皂苷 Rb1、Rg1、Re、拟人参皂 F11 均为中国药品生物制品检定所提供;硅胶 G:青岛海洋化工有限公司制造,批号:20041130;氧化铝:上海市五四农场化学试剂厂,批号:20041016;展开剂:S1 系统:氯仿-甲醇-水(13:7:2) S2 系统:三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)。实验所用试剂均为分析纯。层析缸,薄层板;索氏提取器。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 中国药典 2005 版中的鉴别方法

按照 05 版药典一部方法,使用展开剂 S2 系统 10℃ 以下放置的下层溶液为展开剂,经实验,斑点显色清晰后,置日光下检视<sup>[1]</sup>,结果见图 1<sup>[2]</sup>。



1 西洋参薄层鉴别色谱图

(温度:19℃ 湿度:62%) 1 为阴性对照 2、3、4 为供试品溶液,批号为:20040625, 5 为对照药 6、7、8、9 为人参皂苷 Rb1、Re、Rg1 拟人参皂苷 F11

### 2.2 改进后实验方法

2.2.1 供试品溶液的制备 取西洋参粉末 1.5 g,加甲醇 20 mL,索氏提取器 2 小时,滤过,滤液置水浴上蒸至约 5 mL 时,加入层析用氧化铝 10 g,拌匀,低温干燥后,置 1.5 cm 层析柱

中,用甲醇 30 mL 洗涤,弃去洗液,再用 100 mL 60% 甲醇分两次洗涤(每次 50 mL),合并洗液于蒸发皿中,置水浴上蒸干,残渣加水 15 mL 分次洗入分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取两次,每次 15 mL,合并正丁醇液,加水 15 mL 洗涤,静置,分取正丁醇液蒸干,加甲醇 1 mL 溶解。

2.2.2 对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rb1、Rg1、Re 和拟人参皂苷 F11 各 1 mg,加甲醇 1 mL 溶解。

2.2.3 薄层色谱条件及结果 薄层硅胶 G 板,105℃ 活化 1 小时,展开剂:S1 系统的下层溶液 5~10℃ 放置 12 小时。显色剂:10% 硫酸乙醇溶液。点样量:供试品各 5 μL,对照品各 3 μL。展距:9 cm。展开晾干后置 105℃ 烘至斑点清晰,在日光下检视,见图 2。

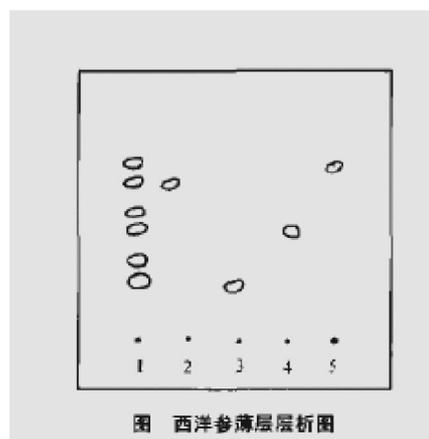


图 2 西洋参薄层鉴别色谱图

(温度湿度同图 1) 1 西洋参 2 人参皂苷 Rg3 人参皂苷 Rb1 4 人参皂苷 Re 5. 拟人参皂苷 F11

2.2.4 特异斑点的稳定性考察 将显色后的薄层板暴露于空气中,连续观察,72 小时后西洋参的樱红色特异斑点消失。该色斑消失后,若适当吹以热风,斑点的颜色则可重现;将显色后的薄层板置干燥器中保存,每天观察一次,3 个月内特异斑点的颜色不褪。

2.2.5 灵敏度试验 取人参和西洋参粉末,以 20:1 混合,按上述方法测定,结果西洋参的特征斑点仍清晰可见。

## 3 讨论

按药典方法操作萃取所得点样液粘稠度较大杂质较多,

# 高效液相色谱法同时测定复方维生素咀嚼片中维生素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub> 及 B<sub>6</sub> 的含量

★ 孙萍<sup>1</sup> 刘辉<sup>1</sup> 李治光<sup>1</sup> 张文惠<sup>2</sup> (1. 江中药业股份有限公司 南昌 330096; 2. 江西中医学院 南昌 330006)

关键词: 维生素 B<sub>1</sub>; 维生素 B<sub>2</sub>; 维生素 B<sub>6</sub>; 含量测定; 高效液相色谱法

中图分类号: R 927.2 文献标识码: B

复方维生素咀嚼片主要成分为对维生素 C、维生素 B<sub>1</sub>、维生素 B<sub>2</sub>、维生素 B<sub>6</sub>、L-半胱氨酸、葡萄糖酸锌、中药提取物等, 具有促进排铅作用。目前维生素 B<sub>1</sub>、维生素 B<sub>2</sub> 及维生素 B<sub>6</sub> 的测定方法分别采用荧光分光光度法及微生物法, 操作过程繁琐、费时, 不利于生产过程中产品的质量的控制。笔者研究并建立了反相高效液相色谱法同时测定该产品中维生素 B<sub>1</sub>、维生素 B<sub>2</sub> 及维生素 B<sub>6</sub> 三种成分的含量, 方法简便、快捷, 结果准确、可靠。

## 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Agilent 1200; 维生素 B<sub>1</sub>、维生素 B<sub>2</sub> 及维生素 B<sub>6</sub> 对照品由 Sigma 公司提供; 试剂: 甲醇, 色谱纯, 其余均为分析纯; 复方维生素咀嚼片样品, 由江中药业股份有限公司提供。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱仪: Agilent 1200 型; 色谱柱: 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂, 4.6 mm × 150 mm; 检测波长: 280 nm; 流速: 1.0 mL/min; 流动相: 甲醇-0.03% 戊烷磺酸钠与 0.03% 己烷磺酸钠混合溶液(内含 1% 乙酸) = 30: 70。

2.2 测定方法 取本品 10 片, 研细, 精密称取细粉约 0.3 g, 置 50 mL 量瓶中, 加入甲醇-1% 乙酸(30:

70) 溶液, 超声溶解, 冷却到室温, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 20 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另取经 105 °C 干燥至恒重的维生素 B<sub>1</sub>、维生素 B<sub>2</sub>、维生素 B<sub>6</sub> 对照品, 同法测定, 按外标法, 以其相对应的峰面积计算三组分的含量。

2.3 线性关系的考察 取维生素 B<sub>1</sub> 对照品溶液(浓度为 3.266、6.532、9.798、13.064、16.330 μg/mL); 维生素 B<sub>2</sub> 对照品溶液(浓度为 1.682、3.364、5.046、6.728、8.410 μg/mL), 维生素 B<sub>6</sub> 对照品溶液(浓度为 3.830、6.128、7.660、9.192、11.790 μg/mL), 按上述色谱条件测定峰面积, 以浓度为横坐标, 各自对应的峰面积为纵坐标作线性回归, 维生素 B<sub>1</sub> 的线性回归方程为  $A = 39.807C - 1.0304$ ,  $r = 0.9999$ , 线性范围为 3.266 ~ 16.330 μg/mL; 维生素 B<sub>2</sub> 的线性回归方程为  $A = 46.44C - 0.6818$ ,  $r = 0.9999$ , 线性范围为 1.682 ~ 8.410 μg/mL; 维生素 B<sub>6</sub> 的线性回归方程为  $A = 39.761C + 3.2021$ ,  $r = 0.9999$ , 线性范围为 3.830 ~ 11.790 μg/mL。

2.4 重复性试验 取维生素 B<sub>1</sub>、维生素 B<sub>2</sub>、维生素 B<sub>6</sub> 同一对照液, 连续进样 5 次, 每次 20 μL, 维生素 B<sub>1</sub> 峰面积测量值的 RSD 为 0.13%, 维生素 B<sub>2</sub> 峰面积测量值的 RSD 为 0.54%, 维生素 B<sub>6</sub> 峰面积测量

致使薄层板上色谱斑点拖尾较明显。改进后方法延长加热回流时间, 使西洋参中皂苷类成分在甲醇中溶出更充分, 采取氧化铝吸附色谱的方法, 去除水溶性和糖类杂质。使皂苷类成分更趋纯净。改用羧甲基纤维素钠硅胶 G 薄层板, 使展开剂极性更适合于各成分的分离, 最终得到色谱斑点清晰, 利于准确判断结果, 此方法特别适合于大、中型医药零售连锁公司, 为鉴别不同条件下生长的西洋参和简化供试液

配制方法提供了参考依据。

## 参考文献

- [1] 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京化学工业出版社, 2005, 99-100.
- [2] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典中药薄层色谱彩色图集[M]. 广东科技出版社, 1998, 132-135.

(收稿日期: 2008-11-23 责任编辑: 曹征)