



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111351892 A

(43)申请公布日 2020.06.30

(21)申请号 201811570788.4

(22)申请日 2018.12.21

(71)申请人 河北万邦复临药业有限公司

地址 054900 河北省邢台市临西县城平安
大街88号

(72)发明人 孙秋亚 江廷峰 李东慧

(51)Int.Cl.

G01N 30/90(2006.01)

G01N 30/94(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54)发明名称

一种麦冬的检测方法

(57)摘要

本发明涉及中药技术领域,具体涉及一种麦冬的检测方法。本发明通过采用薄层色谱鉴别的方法检测鲁斯可皂苷元,解决了麦冬鉴别方法的技术问题。本方法的耐用性强,可更加有效地监控麦冬的产品质量。

1. 一种麦冬的检测方法,其特征在于该方法包括下列步骤:

对照药材溶液的制备取麦冬对照药材3g,加甲醇50ml,加热回流2h,静置,取上清液蒸干,残渣加水40ml使溶解,加盐酸1ml,煮沸,加热回流1h,冷却,移入分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取3次,每次40ml,合并提取液,用水洗涤2次,每次50ml,弃去水洗液,回收正丁醇至干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液;

对照品溶液的制备 精密称取鲁斯可皂苷元5mg,加甲醇5ml制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液;

供试品溶液的制备取麦冬药材3g,加甲醇50ml,加热回流2h,静置,取上清液蒸干,残渣加水40ml使溶解,加盐酸1ml,煮沸,加热回流1h,冷却,移入分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取3次,每次40ml,合并提取液,用水洗涤2次,每次50ml,弃去水洗液,回收正丁醇至干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液;

测定方法照《中国药典》“通则0502”薄层色谱法试验,吸取对照药材溶液、对照品溶液、供试品溶液各3~5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-甲醇-冰醋酸(80:5:0.25)为展开剂,预饱和10~15min,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,于110 $^{\circ}$ C烘(5~7)分钟,至斑点显色清晰。

一种麦冬的检测方法

技术领域

[0001] 本发明涉及中药技术领域。具体涉及中药材麦冬采用薄层色谱鉴别的检测方法。

背景技术

[0002] 麦冬收载于2015年版《中国药典》一部中，原质量标准中麦冬鉴别项下只有对照药材作为参比，采用硅胶GF₂₅₄板展开检测，紫外灯254nm下观察时，斑点偶有不清晰，不易对比判断。本方法中增加了鲁斯可皂昔元对照品作为参比，采用硅胶G板展开，斑点清晰可辨，能够更好地控制药材质量，且本方法中去掉了三氯甲烷的使用，更加环保。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题在于设计一种对麦冬药材鉴别检测的方法，从而有效地控制产品质量。

[0004] 本发明提供了一种麦冬药材鉴别的检测方法。

附图说明

[0005] 图1-图5可以说明本发明的效果，本检测方法稳定可靠。

[0006] 图1是麦冬薄层鉴别色谱图；

图2是耐用性试验中自制版图谱图；

图3是耐用性试验中普通市售板图谱图；

图4是耐用性试验中10~20℃图谱图；

图5是耐用性试验中25~30℃图谱图。

具体实施方式

[0007] 本发明可由下述方案来实现：

1、仪器、试药和供试样品信息

(1) 仪器

电子天平：型号HK-JC-220AB

水浴锅：型号HH-6

干燥箱：型号202-2

(2) 试药与试剂

甲醇，盐酸，甲苯，冰醋酸，10%硫酸乙醇溶液。

[0008] (3) 对照药材

麦冬：批号121013-201310-181122-02、121013-201310-181122-03、
121013-201310-181122-04，来源中国食品药品检定研究院。

[0009] 鲁斯可皂昔元：批号111909-201204-160215-04，来源中国食品药品检定研究院。

[0010] (4) 供试样品

麦冬:批号2017-217、2018-440、2018-167。

[0011] (5)方法

点样量:3~5 μ l

薄层板:硅胶G薄层板

展开剂: 甲苯-甲醇-冰醋酸(80:5:0.25)

显色剂:10%硫酸乙醇溶液

显色条件:110 $^{\circ}$ C烘(5~7)分钟

2、样品测定

①对照药材溶液的制备

取麦冬对照药材3g,加甲醇50ml,加热回流2h,静置,取上清液蒸干,残渣加水40ml使溶解,加盐酸1ml,煮沸,加热回流1h,冷却,移入分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取3次,每次40ml,合并提取液,用水洗涤2次,每次50ml,弃去水洗液,回收正丁醇至干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液。

[0012] ②对照品溶液的制备

精密称取鲁斯可皂苷元5mg,加甲醇5ml制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。

[0013] ③供试品溶液的制备

取麦冬药材3g,加甲醇50ml,加热回流2h,静置,取上清液蒸干,残渣加水40ml使溶解,加盐酸1ml,煮沸,加热回流1h,冷却,移入分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取3次,每次40ml,合并提取液,用水洗涤2次,每次50ml,弃去水洗液,回收正丁醇至干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液。

[0014] ④测定方法

照“通则0502”薄层色谱法试验,吸取对照药材溶液、对照品溶液、供试品溶液各3~5 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-甲醇-冰醋酸(80:5:0.25)为展开剂,预饱和10~15min,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,于110 $^{\circ}$ C烘(5~7)分钟,至斑点显色清晰。

[0015] ⑤检测标准

供试品色谱中,在与对照品色谱及对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

[0016] ⑥试验结果

麦冬药材(批号:2017-217、2018-440、2018-167),在与对照品色谱及对照药材色谱相应的位置上,均显相同颜色的斑点。色谱结果见图1。

[0017] 3、耐用性试验

(1)不同品牌硅胶G薄层板对试验的影响

①不同品牌硅胶G薄层板:市售硅胶G薄层板、自制硅胶G薄层板

市售硅胶G薄层板:临用前在110 $^{\circ}$ C活化30分钟。

[0018] 自制硅胶G薄层板制备方法:将1份固定相(硅胶G)和3黏合剂(0.25%羧甲基纤维素钠水溶液)在研钵中按同一方向研磨混合,去除表面的气泡后,倒入涂布器中,在玻板上平稳地移动涂布器进行涂布(厚度为0.2~0.3mm),取下涂好的薄层玻板,置水平台上于室温下晾干后,在110 $^{\circ}$ C烘30分钟,即置有干燥剂的干燥箱中备用。

[0019] ②试验方法

取上述制备好的对照品及对照药材溶液、三批供试品溶液分别点于同一普通市售硅胶

G板、自制硅胶G板,以甲苯-甲醇-冰醋酸(80:5:0.25)为展开剂,预饱和10~15min,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,于110℃烘(5~7)分钟,至斑点显色清晰。

[0020] ③检测标准

普通市售硅胶G板、自制硅胶G板,供试品及对照品、对照药材斑点均应清晰可辨,且供试品色谱中在与对照品、对照药材色谱相应的位置上,均应显相同颜色的斑点。

[0021] ④试验结果

普通市售硅胶G板、自制硅胶G板,供试品及对照品、对照药材斑点均应清晰可辨,且供试品色谱中在与对照品、对照药材色谱相应的位置上,均应显相同颜色的斑点。自制版图谱结果见图2,普通市售板结果见3。

[0022] (2)不同温度对试验的影响

①试验方法

取上述制备好的对照品及对照药材溶液、三批供试品溶液分别点于同一硅胶G薄层板上,同时制备2个薄层板,分别在温度10~20℃、25~30℃下,以甲苯-甲醇-冰醋酸(80:5:0.25)为展开剂,展开。

[0023] ②检测标准

在温度10~20℃、25~30℃下,供试品及对照品、对照药材斑点均应清晰可辨,且供试品色谱中在与对照品、对照药材色谱相应的位置上,均应显相同颜色的斑点。

[0024] 2个薄层板图谱均应一致。

[0025] ③试验结果

在温度10~20℃、25~30℃下,供试品及对照品、对照药材斑点均清晰可辨,且供试品色谱中在与对照品、对照药材色谱相应的位置上,均显相同颜色的斑点。

[0026] 2个薄层板图谱均一致。10~20℃图谱结果见图4,25~30℃图谱结果见图5。

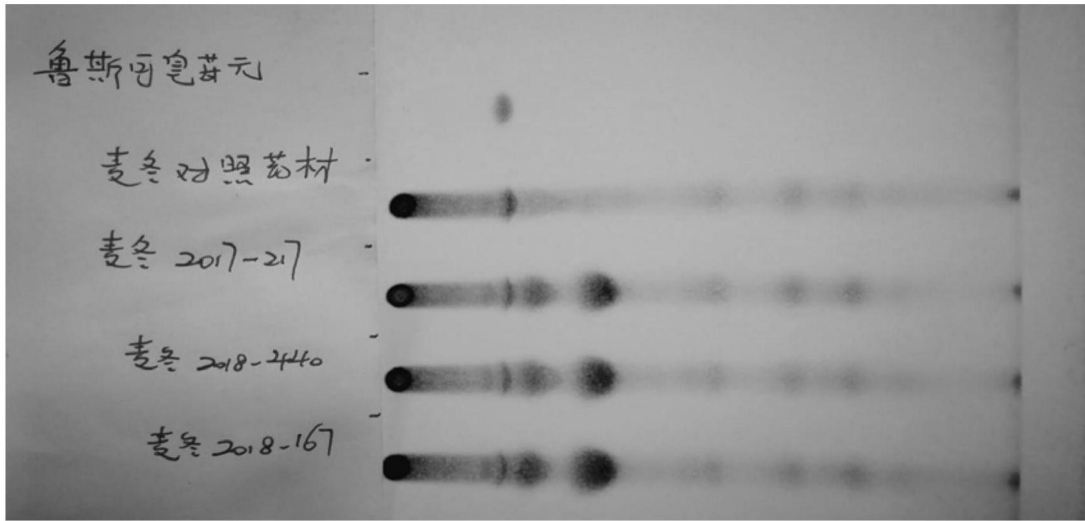


图1

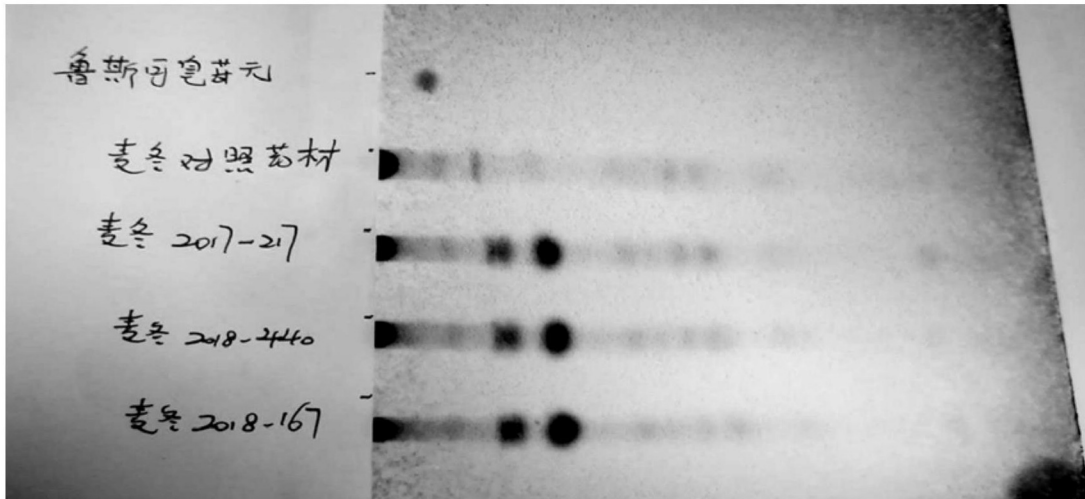


图2

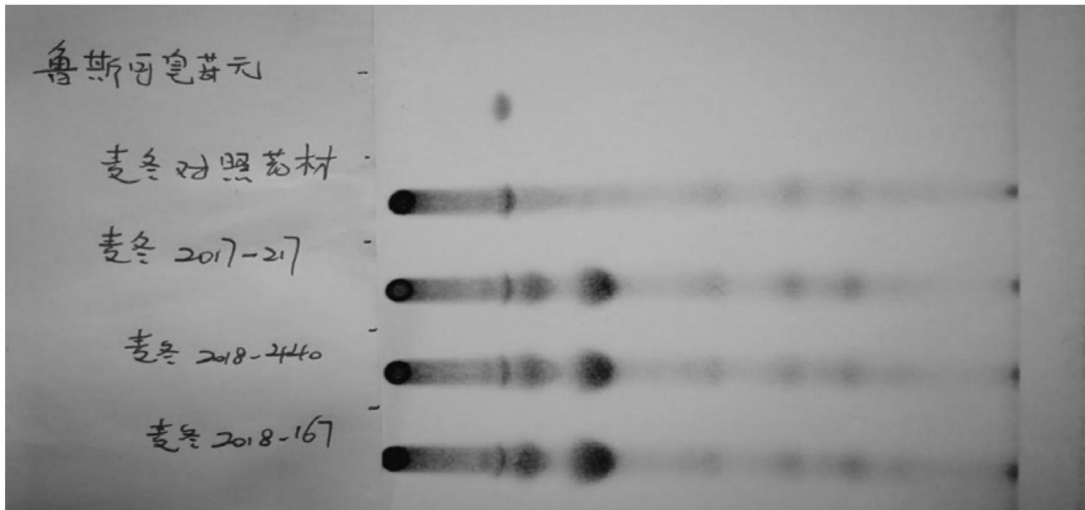


图3

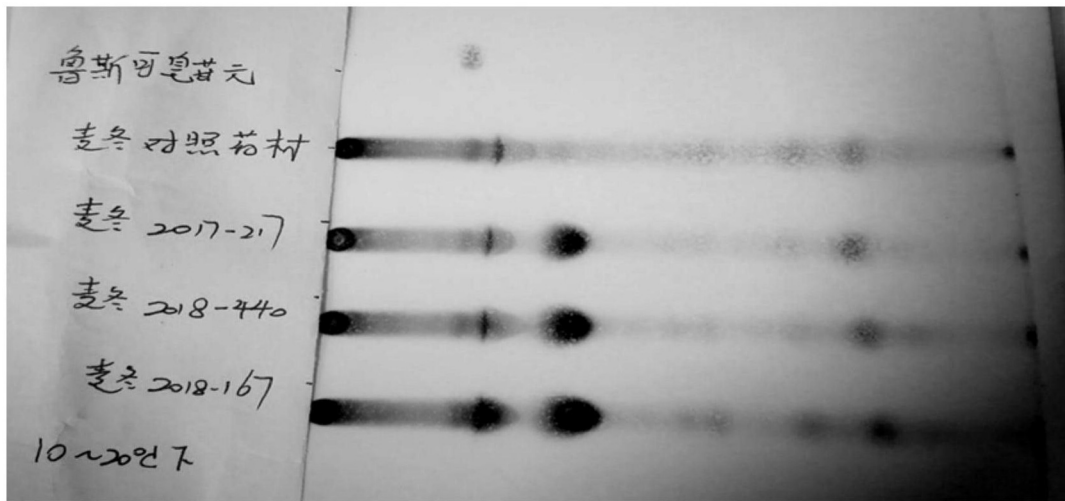


图4

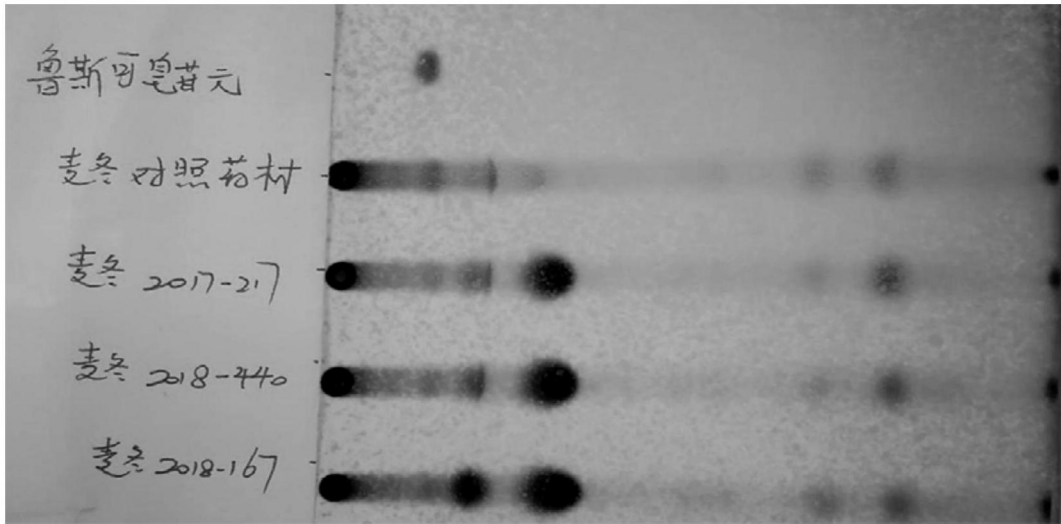


图5