



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110018269 B

(45) 授权公告日 2021.01.15

(21) 申请号 201910360060.7

(51) Int.Cl.

(22) 申请日 2019.04.29

G01N 30/90 (2006.01)

G01N 30/94 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110018269 A

审查员 冯婷

(43) 申请公布日 2019.07.16

(73) 专利权人 四川新绿色药业科技发展有限公司

地址 611930 四川省成都市彭州市致和镇东河东路279号

(72) 发明人 周厚成 胡昌江 黄宇 陈岚

吴琦 戴德蓉 张玉婷

(74) 专利代理机构 成都高远知识产权代理事务所(普通合伙) 51222

代理人 李高峡 张娟

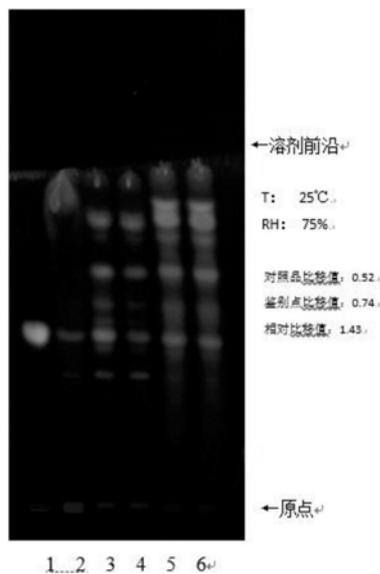
权利要求书1页 说明书4页 附图7页

(54) 发明名称

一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法

(57) 摘要

本发明提供了一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法,其特征在于:a、对照药材溶液的制备;b、对照品溶液的制备;c、供试品溶液的制备;d、薄层层析测定。本发明的一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法,通过将盐沙苑子颗粒薄层色谱图与沙苑子对照药材色谱图相比,比移值在0.65-0.85处多出一个荧光斑点、作为鉴别点;再将该鉴别点比移值与沙苑子苷比移值相比,确定相对比移值在1.3-1.6范围,能快速、有效的鉴别出盐沙苑子,本发明方法操作简便、精密度和灵敏度高、稳定性好,具有良好的应用前景。



1. 一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法,其特征在于:它包括如下操作步骤:
 - a、对照药材溶液的制备:取沙苑子对照药材粉末,加正丁醇提取,滤过,取滤液蒸干,残渣加正丁醇溶解,作为对照药材溶液;
 - b、对照品溶液的制备:取沙苑子苷对照品,加50~70%乙醇溶解,作为对照品溶液;
 - c、供试品溶液的制备:取待测样品,研细,加正丁醇提取,滤过,滤液蒸干,残渣加正丁醇溶解,作为供试品溶液;
 - d、薄层层析测定:取对照品溶液,对照药材溶液和供试品溶液,分别点于同一硅胶G板上,用正丁醇-冰醋酸-水展开,晾干后喷以硫酸乙醇溶液,加热,置紫外光灯下检视;所述正丁醇-冰醋酸-水的体积比为(3~5):1:(4~6)。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤a所述对照药材与正丁醇的质量体积比为(4~6):50g/ml;所述提取为超声提取,超声提取时间为30~60min。
3. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于:所述对照药材与正丁醇的质量体积比为5:50 g/ml;所述超声提取时间为30min。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:所述对照品溶液每1ml含沙苑子苷1~3mg。
5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤b所述取沙苑子苷对照品,加60%乙醇溶解,作为对照品溶液。
6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤c所述待测样品与正丁醇的质量体积比为(4~6):50g/ml;所述提取为超声提取,超声提取时间为30~60min。
7. 根据权利要求6所述的方法,其特征在于:所述待测样品与正丁醇的质量体积比为5:50 g/ml;所述超声提取时间为30min。
8. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤a和c所述加正丁醇溶解的体积为1~2ml。
9. 根据权利要求8所述的方法,其特征在于:所述加正丁醇溶解的体积为2ml。
10. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤d所述对照品溶液,对照药材溶液和供试品溶液吸取量各为10 μ L。
11. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤d所述正丁醇-冰醋酸-水的体积比为4:1:5;所述硫酸乙醇溶液是浓度为8~12%硫酸乙醇溶液。
12. 根据权利要求11所述的方法,其特征在于:所述硫酸乙醇溶液是浓度为10%硫酸乙醇溶液。
13. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤d所述加热的温度为105 \pm 5 $^{\circ}$ C,时间3~5min;所述紫外光的波长为365nm。
14. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于:步骤d所述检视的供试品显示为盐沙苑子配方颗粒,其色谱图在与沙苑子苷对照品色谱图相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;与沙苑子对照药材色谱图相比,在比移值0.65~0.85处多出一个荧光斑点。
15. 根据权利要求14所述的方法,其特征在于,所述多出一个荧光斑点的比移值,相对于沙苑子苷比移值为1.3~1.6。

一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法

技术领域

[0001] 本发明具体涉及一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法。

背景技术

[0002] 沙苑子是豆科植物扁茎黄芪 (*Astragalus Complanatus* R.Sr) 的干燥成熟种子。具有温补肝肾, 固精, 缩尿, 益肝明目的功能, 为滋补强壮药。沙苑子主要含有氨基酸、多肽、蛋白质、黄酮类、三萜类、有机酸类、鞣质、甾醇及铁、锌、锰、铜等微量元素。据文献记载, 其炮制方法众多, 有炒制、焙制、乳制、酒制、熬制等, 至清代新增了一种“盐炙”的炮制方法, 发展到当代, 盐沙苑子成为了常用的炮制品之一。

[0003] 中药配方颗粒是由单味中药饮片经提取浓缩制成的、供中医临床配方用的颗粒。中药配方颗粒是以传统中药饮片为原料, 采用现代工艺技术和质量控制技术进行提取、浓缩、干燥、制粒技术制成颗粒剂型。它能克服汤剂煎煮费时、携带不便、不宜储存等缺点, 同时质量可控, 目前已被消费者大量使用。以现代工艺制备的盐沙苑子配方颗粒已不具备饮片的外形, 通过外形难以辨别, 在临床上易造成错用, 对患者的用药安全构成隐患。

[0004] 目前还未有盐沙苑子配方颗粒有效鉴别的方法。

发明内容

[0005] 为解决上述问题, 本发明提供了一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法, 其特征在于: 它包括如下操作步骤:

[0006] a、对照药材溶液的制备: 取沙苑子对照药材粉末, 加正丁醇提取, 滤过, 取滤液蒸干, 残渣加正丁醇溶解, 作为对照药材溶液;

[0007] b、对照品溶液的制备: 取沙苑子苷对照品, 加乙醇溶解, 作为对照品溶液;

[0008] c、供试品溶液的制备: 取待测样品, 研细, 加正丁醇提取, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加正丁醇溶解, 作为供试品溶液;

[0009] d、薄层层析测定: 取对照品溶液, 对照药材溶液和供试品溶液, 分别点于同一硅胶 G 板上, 用正丁醇-冰醋酸-水展开, 晾干后喷以硫酸乙醇溶液, 加热, 置紫外光灯下检视。

[0010] 进一步地, 步骤 a 所述对照药材与正丁醇的质量体积比为 (4~6): 50g/ml, 优选 5: 50g/ml; 所述提取为超声提取, 超声提取时间为 30~60min, 优选 30min。

[0011] 进一步地, 步骤 b 所述乙醇为 50~70% 乙醇, 优选 60% 乙醇; 所述对照品溶液每 1ml 含沙苑子苷 1~3mg。

[0012] 进一步地, 步骤 c 所述待测样品与正丁醇的质量体积比为 (4~6): 50g/ml, 优选 5: 50g/ml; 所述提取为超声提取, 超声提取时间为 30~60min, 优选 30min。

[0013] 进一步地, 步骤 a 和 c 所述加正丁醇溶解的体积为 1~2ml, 优选 2ml。

[0014] 进一步地, 步骤 d 所述对照品溶液, 对照药材溶液和供试品溶液吸取量各为 10 μ L。

[0015] 进一步地, 步骤 d 所述正丁醇-冰醋酸-水的体积比为 (3~5): 1: (4~6), 优选 4: 1: 5; 所述硫酸乙醇溶液是浓度为 8~12% 硫酸乙醇溶液, 优选 10% 硫酸乙醇溶液。

[0016] 进一步地,步骤d所述加热温度为 $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$,时间3-5min。

[0017] 进一步地,步骤d所述紫外光波长为365nm。

[0018] 进一步地,步骤d所述检视的供试品显示为盐沙苑子,其色谱图在与沙苑子苷对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;与沙苑子对照药材色谱图相比,在比移值0.65-0.85处多出一个荧光斑点,该荧光斑点比移值,相对于沙苑子苷比移值为1.3-1.6。

[0019] 本发明的一种盐沙苑子配方颗粒的薄层鉴别方法,通过将盐沙苑子颗粒薄层色谱图与沙苑子对照药材色谱图相比,比移值在0.65-0.85处多出一个荧光斑点、作为鉴别点;同时将该鉴别点比移值与沙苑子苷比移值相比,确定相对比移值在1.3-1.6范围,能快速、有效的鉴别出盐沙苑子,该方法操作简便、精密度和灵敏度高、稳定性好,具有良好的应用前景。

[0020] 显然,根据本发明的上述内容,按照本领域的普通技术知识和惯用手段,在不脱离本发明上述基本技术思想前提下,还可以做出其它多种形式的修改、替换或变更。

[0021] 以下通过实施例形式的具体实施方式,对本发明的上述内容再作进一步的详细说明。但不应将此理解为本发明上述主题的范围仅限于以下的实例。凡基于本发明上述内容所实现的技术均属于本发明的范围。

附图说明

[0022] 图1低温 4°C 薄层色谱图(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0023] 图2低温 25°C 薄层色谱图(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0024] 图3湿度32%色谱图(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0025] 图4湿度75%色谱图(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0026] 图5德国MercK硅胶G板(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0027] 图6天津思利达硅胶G板(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0028] 图7青岛裕民源硅胶G板(1.沙苑子苷;2.沙苑子对照药材;3、4.盐沙苑子饮片;5、6.盐沙苑子配方颗粒SY1807004)

[0029] 图8沙苑子和盐沙苑子鉴别验证图(1.沙苑子苷对照品;2.沙苑子对照药材;3.沙苑子饮片;4.盐沙苑子饮片;5.沙苑子配方颗粒SY1807001;6.沙苑子配方颗粒SY1807002;7.沙苑子配方颗粒SY1807003;8.盐沙苑子配方颗粒SY1807004;9.盐沙苑子配方颗粒SY1807005;10.盐沙苑子配方颗粒SY1807006)

具体实施方式

[0030] 本发明具体实施方式中使用的样品、设备均为已知产品,通过购买市售产品获得。

[0031] 实施例1盐沙苑子配方颗粒的鉴别

[0032] a、沙苑子对照药材5g,加正丁醇50mL,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加正丁醇1mL使溶解,制成对照药材溶液。

[0033] b、取沙苑子苷对照品,加60%乙醇制成每1mL含2mg的溶液,作为对照品溶液。

[0034] c、取待测样品,研细,取5g,加正丁醇50mL,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加正丁醇1mL使溶解,作为供试品溶液。

[0035] d、照薄层色谱法(通则0502)试验,吸取供试品溶液10 μ l、对照药材溶液10 μ L、对照品溶液10 μ L,分别点于同一硅胶G板上,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇试液,105℃加热3-5min,置紫外光灯(365nm)下检视。

[0036] 供试品色谱中,盐沙苑子配方颗粒在与沙苑子苷对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;与沙苑子对照药材相比,在比移值0.65-0.85处多出一个荧光斑点;与沙苑子苷对照品色谱相比,在相对比移值为1.3-1.6处,显荧光斑点。

[0037] 以下通过试验例具体说明本发明的有益效果:

[0038] 试验例1薄层鉴别方法学考察

[0039] 1仪器与试药及实验材料

[0040] 半自动薄层点样仪(CAMAG Lionmat-5),薄层成像系统(CAMAG TLC Visualizer),摩尔超纯水机(细胞型1810A),KQ-600DB型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);德国MercK可剪裁型薄层层析板(硅胶G板),天津思利达科技有限公司可剪裁型薄层层析板(硅胶G板),青岛裕民源硅胶试剂厂(硅胶G板)。

[0041] 试药:正丁醇、冰醋酸等化学试剂均为分析纯,水为纯净水。

[0042] 实验材料:沙苑子配方颗粒(批号:SY1807001、SY1807002、SY1807003);盐沙苑子配方颗粒沙苑子药材(批号:SY1807004、SY1807005、SY1807006);沙苑子饮片、盐沙苑子饮片、沙苑子对照药材(中国药品生物制品检定所提供,批号:121275-200301)。沙苑子苷A对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号:111803-201403)

[0043] 2薄层鉴别方法

[0044] 参照《中国药典》2015版沙苑子薄层鉴别,经过多溶剂、多部位的供试品制备方法考察,最终确立供试品的制备方法为:取本品适量,研细,取5g粉末,加正丁醇50mL,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加正丁醇1mL使溶解,作为供试品溶液。

[0045] 取沙苑子对照药材5g,同法制成对照药材溶液。

[0046] 取沙苑子苷A对照品,加60%乙醇制成每1mL含2mg的溶液,作为对照品溶液。

[0047] 薄层鉴别条件

[0048] 薄层板:硅胶G板

[0049] 点样:对照品溶液、供试品溶液和对照药材溶液各10 μ l

[0050] 展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)的上层溶液

[0051] 显色:喷以10%硫酸乙醇试液,105℃加热3-5min

[0052] 检视:置紫外光灯(365nm)下检视

[0053] 3耐用性考察

[0054] 3.1不同温度的比较

[0055] 取点样后(均点10 μ l)的薄层板,分别在低温4℃和常温25℃的温度环境下进行展开。结果表明,该方法对不同温度的适应性较好。见图1、图2:

[0056] 3.2不同湿度的比较

[0057] 取点样后(均点10 μ L)的薄层板,分别在32%和75%的湿度环境下进行展开。结果表明该方法对不同湿度的适应性较好。见图3、图4:

[0058] 3.3不同厂家硅胶G板的比较

[0059] 分别选取德国MercK可剪裁型薄层层析板(硅胶G板),天津思利达科技有限公司可剪裁型薄层层析板(硅胶G板)和青岛裕民源硅胶试剂厂(硅胶G板),按拟定的试验方法试验。结果见图5~图7。

[0060] 4方法验证

[0061] 根据以上确定的展开条件,对沙苑子及盐沙苑子的饮片、成品的展开分析进行薄层鉴别验证,结果见图8。

[0062] 根据上述系列方法学考察结果,为进一步确定鉴别点,分别以鉴别点/沙苑子苷相对比移值、鉴别点比移值进行统计:

[0063] 以相对比移值为指标,公式为:相对比移值=鉴别点比移值/沙苑子苷比移值。通过对上述方法学相对比移值的统计,其范围为1.26-1.63,平均值为1.42,70%-130%平均值为0.99-1.85。最终确定鉴别点的相对比移值1.3-1.6。

[0064] 以鉴别点比移值为指标,相对于沙苑子对照药材,盐沙苑子配方颗粒成品的鉴别点比移值为0.69-0.82,平均值为0.73,0%-130%平均值为0.51-0.95。最终确定鉴别点比移值0.65-0.85。

[0065] 综上,本发明薄层鉴别方法,通过将盐沙苑子颗粒薄层色谱图与沙苑子对照药材色谱图相比,比移值在0.65-0.85处多出一个荧光斑点、作为鉴别点,再将该鉴别点比移值与沙苑子苷比移值相比,确定相对比移值在1.3-1.6范围,能快速、有效的鉴别出盐沙苑子,该方法操作简便、精密度和灵敏度高、稳定性好,具有良好的应用前景。

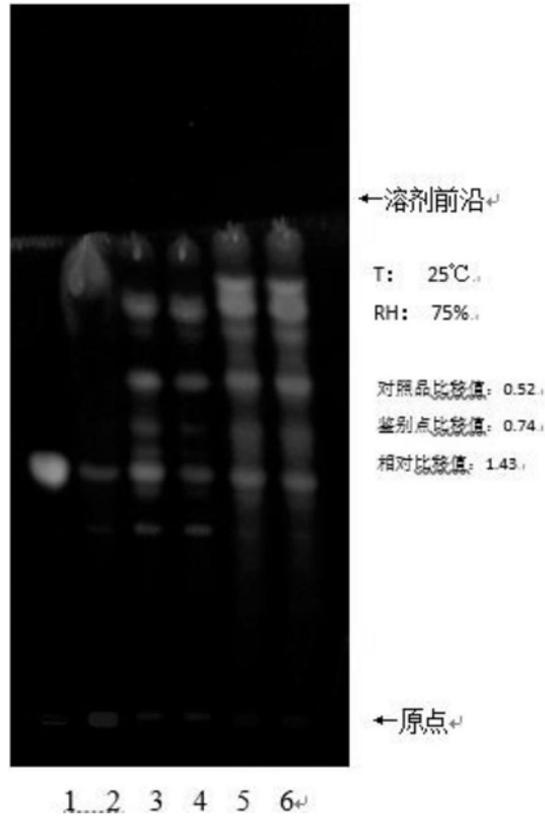


图1

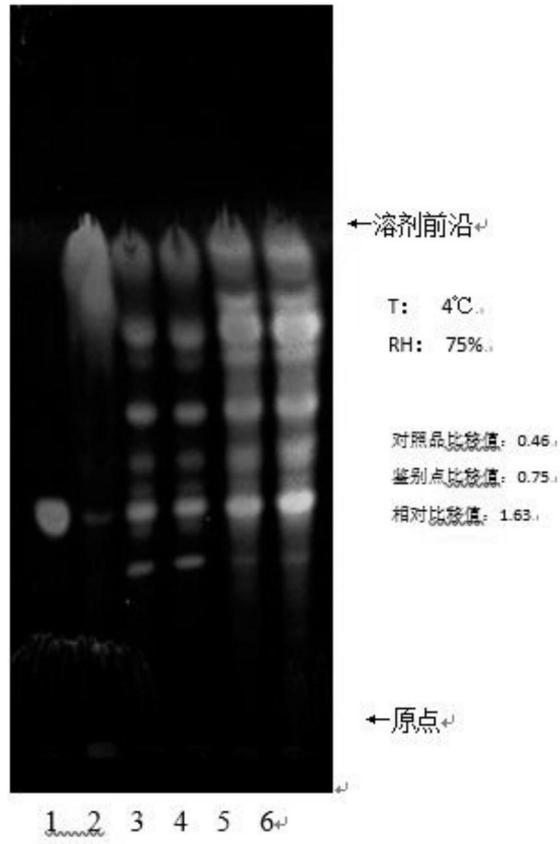


图2

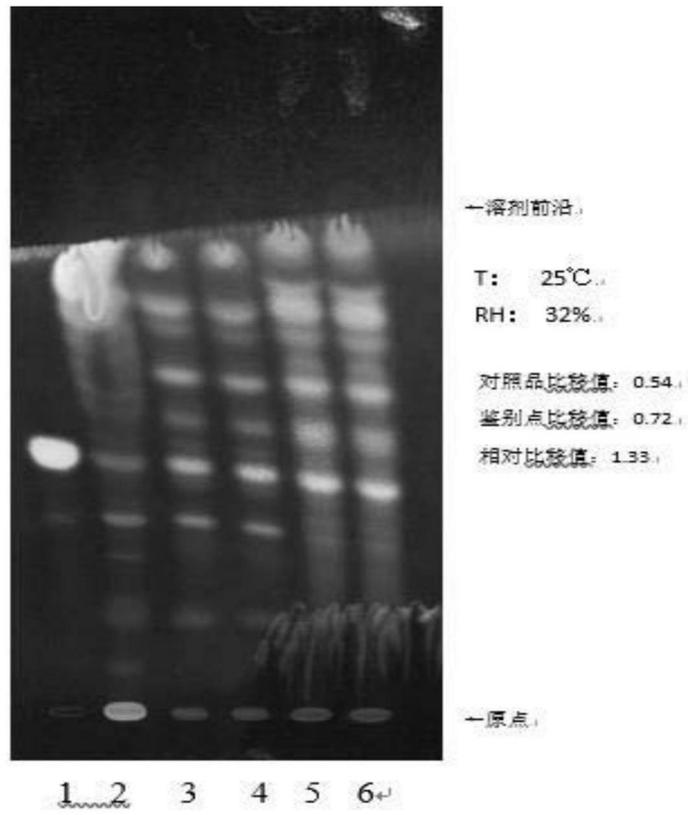


图3

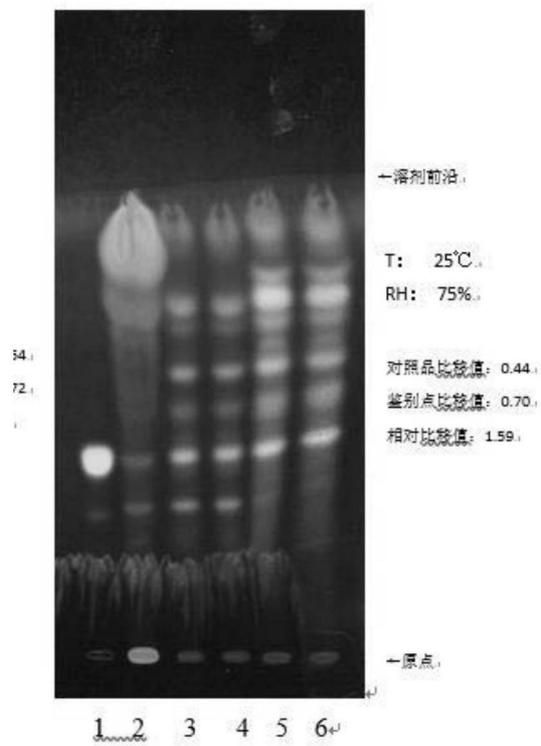


图4

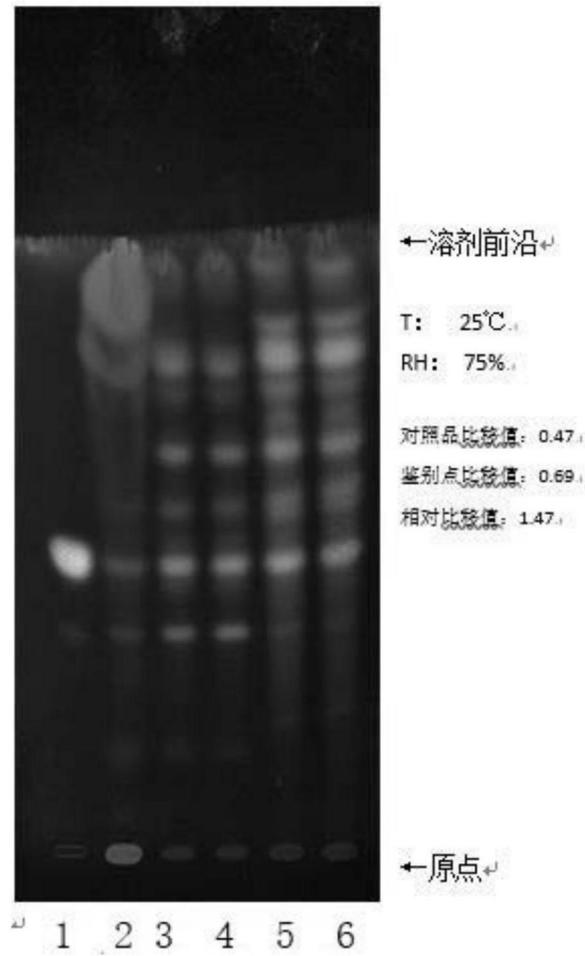


图5

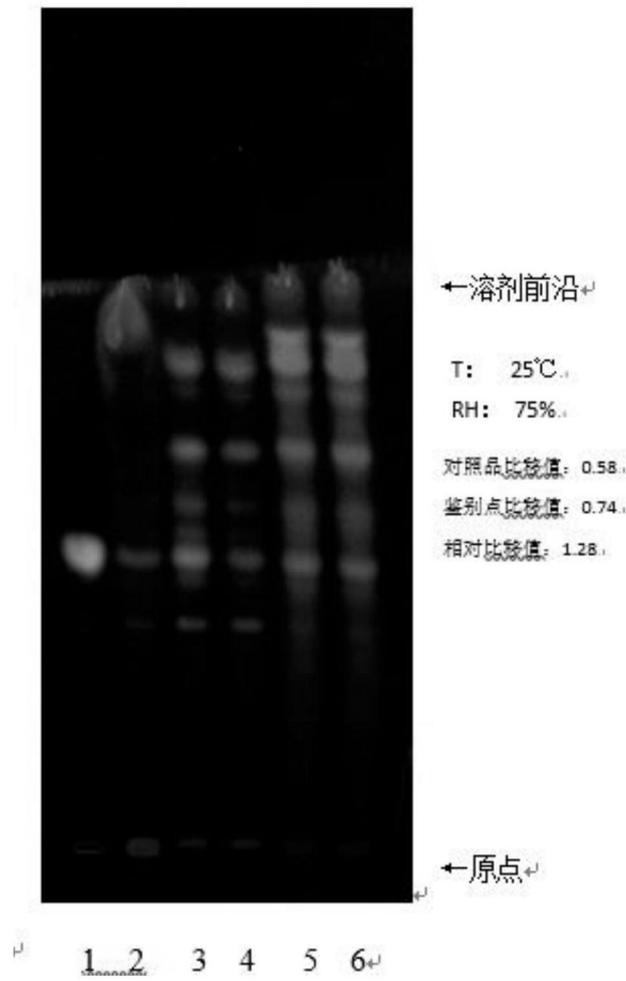


图6

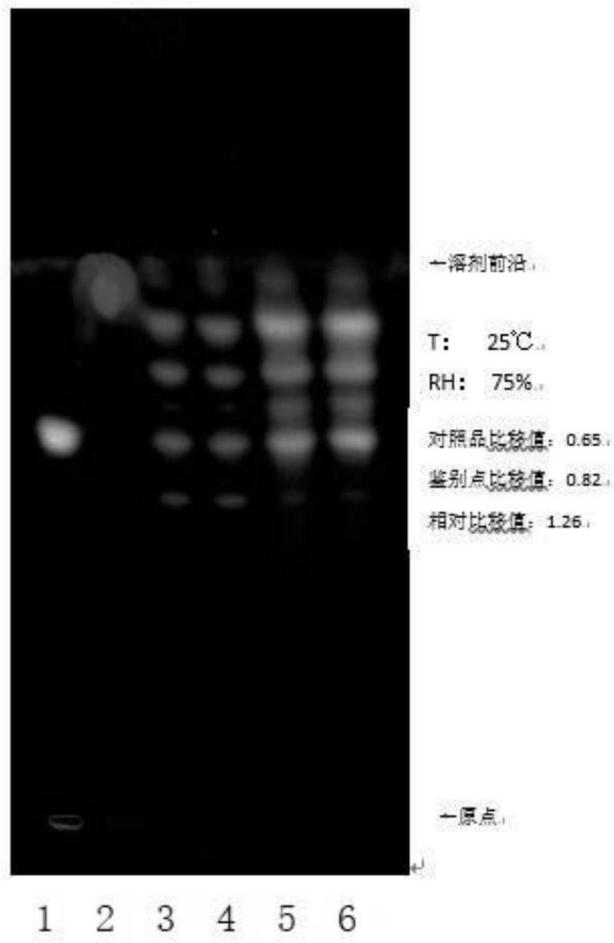


图7

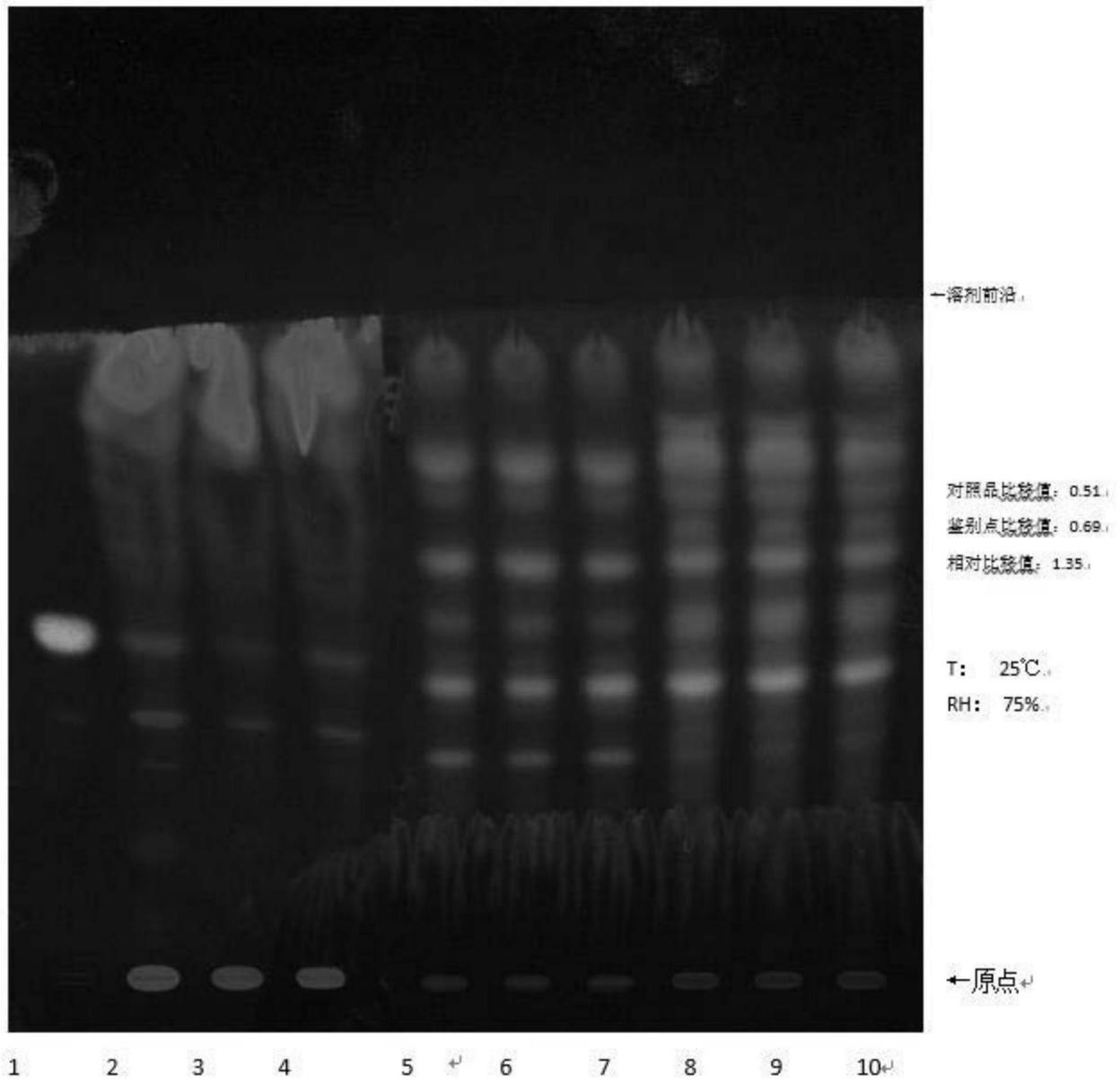


图8