

宽胸解毒颗粒质量标准的研究

闫小平 丁 会 (中国中医研究院西苑医院 北京 100091)

吴曼玲 王 彬 (北京制药工业研究所分析室 100020)

摘 要 采用薄层层析法对宽胸解毒颗粒中的虎杖、黄连、枳实进行定性鉴别,并用高效液相色谱法对制剂中虎杖的大黄素成分进行含量测定,回收率为 100.88%,变异系数为 2.77%。

关键词 宽胸解毒颗粒 薄层鉴别 大黄素 高效液相色谱法

Studies on Quality Control of Kuanxiong Jiedu Granule

Yan Xiaoping, Dinghui (Xiyuan Hospital, China Academy of TCM, Beijing, 100091)

Wu Manling, Wang Bin (Beijing Institute of Pharmaceutical Industry, Beijing, 100020)

Abstract: The qualitative identifications of Rhizoma Polygoni Cuspidati, Rhizoma Coptidis and Fructus Aurantii Immaturus were determined in kuanxiong jiedu granule was determined by TLC. The content of emodin in the granule was determined by HPLC, with recovery of 100.88% and *RSD* of 2.77%.

Key words: kuanxiong jiedu granule, qualitative identification, emodin, HPLC

宽胸解毒颗粒由虎杖、金银花、蒲公英、法半夏、黄连、枳实等 10 味中药组成。具有清热解毒、燥湿化痰、理气活血的功效。对乙型肝炎有较好的疗效。为控制其制剂质量,采用薄层层析法对虎杖、黄连、枳实进行定性鉴

别,并应用高效液相色谱法对本品君药虎杖中大黄素含量进行测定。

1 仪器和试剂、样品

高效液相色谱仪,美国 Waters-244 型。硅胶 G 薄层板,青岛海洋化工厂生产。标准

品大黄素、盐酸小檗碱、辛弗林均购自中国药品生物制品检定所。超纯水、优级甲醇及所用其它试剂均为分析纯。宽胸解毒颗粒 6 批,阴性样品、药材对照品,均由西苑医院药房、制剂室提供。

2 薄层鉴别

2.1 取样品 6g,研细,加甲醇 30ml,回流提取 3h,放冷,滤过,滤液浓缩至 5ml,作为供试品溶液。另取虎杖对照药材 1g,和去虎杖的阴性样品 6g,同法制成对照药材溶液和阴性对照溶液。再取大黄素对照品,配成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述 4 种溶液各 3 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-乙醇(9:1)为展开剂展开,晾干,可见光下观察,供试品色谱中,在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,空白则无。见图 1。

2.2 取样品 6g,研细,加甲醇 30ml,超声提取 30min,滤过,滤液挥至 5ml,为供试品溶液。另取黄连对照药材 0.5g,和去黄连的阴性样品 6g,同法制成对照药材溶液和阴性对照液。再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇配成每 1ml 含 0.5mg 的对照品溶液。吸取上述 4 种溶液各 1 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨(6:3:1.5:1.5:0.5)为展开剂展开,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上,显相同的黄色荧光斑点,空白则无。见图 2。

2.3 取本品 15g,研细,加甲醇 100ml,回流提取 2h,滤过,滤液蒸干,加水 30ml,混匀,滤过,滤液通过已处理好的 732 型氢型阳离子交换树脂柱,用水洗至洗脱液澄明,再用 3.5%氨溶液 100ml 洗脱,洗脱液减压蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取枳实对照药材 2g,和去枳实的阴性样品 15g,同法制成对照药材溶液,阴性对照溶液。再取辛弗林对照品,加甲醇配成每 1ml 含 3mg 的溶液,作为对照品溶液,吸取上述 4

种溶液各 5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)上层溶液为展开剂展开,晾干,喷以 0.5%茚三酮乙醇溶液,105℃烘约 10min。供试品色谱中,在与对照品色谱,药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,空白则无,见图 3。

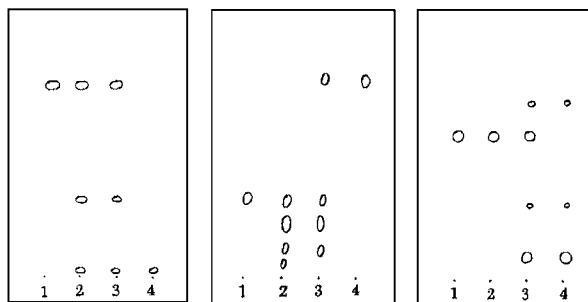


图 1 虎杖的薄层层析图

1. 大黄素
2. 虎杖药材
3. 供试品
4. 阴性对照液

图 2 黄连的薄层层析图

1. 盐酸小檗碱
2. 黄连药材
3. 供试品
4. 阴性对照液

图 3 枳实的薄层层析图

1. 辛弗林
2. 枳实药材
3. 供试品
4. 阴性对照液

3 大黄素含量测定

3.1 色谱分析条件 色谱柱 YGW-C₁₈(3.9×300)mm。流动相 甲醇-水-冰醋酸(90:25:5),流速 0.7ml/min,检测波长 288nm,纸速 3mm/min,灵敏度 0.1AUFS,温度室温。理论塔板数按大黄素计算不低于 2000。

在此条件下,可使 5 种大黄羟基蒽醌甙元(大黄素、大黄酚、大黄酸、大黄素甲醚、芦荟大黄素),得到较好的分离,为大黄素含量测定提供科学依据。

3.2 标准曲线的制备 精密称取大黄素对照品 1.5mg,置 25ml 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,备用。在上述色谱条件下分别吸取 2.5、5.0、7.5、10.0、12.5 μ l,注入色谱仪,测定峰面积值,进样量(μ g)与峰面积值绘制标准曲线,浓度在 0.15 μ g~0.75 μ g 范围内呈良好的线性关系,回归方程 $Y = 22409812x - 39860.6$, $r = 0.9999$ 。

3.3 供试品溶液的制备与测定 取样品研细,精密称取 1g,置具塞的锥形瓶中,精密加

甲醇 25ml, 称重。置水浴上加热回流 1h, 冷至室温, 再称重, 补足失去的甲醇量, 充分振摇, 滤过。精密量取滤液 10ml, 置锥形瓶中, 蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 加浓盐酸 1ml, 置水浴上加热 1h, 立即冷却, 用乙醚提取 4 次, 第 1 次 20ml, 以后每次 15ml, 合并乙醚提取液, 蒸干, 残渣加甲醇使溶解, 定量转移至 5ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 作为供试品溶液。在上述色谱条件下, 精密吸取大黄素对照品溶液 10 μ l 和供试品溶液 10 μ l, 分别注入色谱仪, 进行测定。结果见图 4、5。用外标法计算大黄素含量。6 批样品含量测定(mg/g) 分别为: 0.32、0.29、0.27、0.29、0.31、0.30。

3.4 空白对照溶液的制备与测定 取不含虎杖的阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制备, 测定。结果表明阴性样品中无干扰人黄素的成分。见图 6。

3.5 稳定性、精密度试验 精密吸取同 1 份

样品, 于 1、4、8、24h 分别进样 10 μ l, 计算结果。结果表明 24h 内基本稳定, *RSD* 为 2.10%; 精密吸取同一份对照品, 分别重复进样 5 次, 计算结果。*RSD* 为 1.52%。

3.6 加样回收率试验 取已测知含量的样品 6 份, 分别精密加入大黄素对照溶液 (3.77mg 定容至 25ml) 1.0ml, 按照样品含量测定的方法测定。结果见附表。

附表 大黄素加样回收率试验

试验序号	加样量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	<i>RSD</i> (%)
1	0.1508	0.1567	103.91		
2	0.1508	0.1457	96.62		
3	0.1508	0.1524	101.06	100.88	2.77
4	0.1508	0.1518	100.66		
5	0.1508	0.1496	99.20		
6	0.1508	0.1566	103.85		

4 讨论

4.1 样品溶液酸水解过程, 加入的浓盐酸量和水解时间, 对样品中大黄素含量有很大影响, 为此, 分别加入不同量的酸并在不同水解时间内, 检测大黄素含量, 结果证明本文加酸量和水解时间为宜。

4.2 薄层鉴别项下, 我们还做了金银花中绿原酸的薄层鉴别, 结果发现阴性对照有干扰。通过对处方中某些单味药进一步做 TLC 和 HPLC 定性分析证明, 除金银花外, 处方中蒲公英、野菊花均含有绿原酸成分。

(收稿: 1997-03-25)

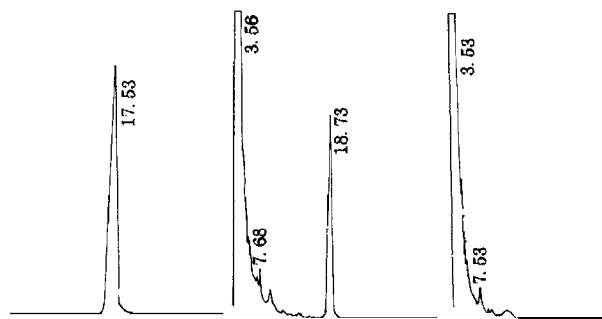


图 4 大黄素对照品溶液色谱图 图 5 宽胸解毒颗粒样品色谱图 图 6 宽胸解毒颗粒空白色谱图