

复方芸香片质量控制的实验研究^{**}

甄汉深 辛 宁 宁志伟* (广西中医学院 南宁 530001)

摘要 采用薄层色谱法对其进行定性研究。采用薄层扫描法测定其补骨脂素的含量。

关键词 复方芸香片 薄层扫描 芸香 补骨脂素

Experimental Studies on the Quality Control of Compound Yunxiang Tablets

Zhen Hanshen, Xin Ning and Ning Zhiwei

(Guanxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanning, 530001)

Abstract: The qualitative identification was studied by TLC methods. The content of psoralen in the compound was also determined by TLC-scanning method.

Key words: Compound Yunxiang tablets, TLC-scanning, Psoralen

复方芸香片,是以芸香为主药,辅以黄精制成的复方中药制剂,具有清肺健脾、养阴益气、清热解毒、杀癆虫之功效。临床上主要用于肺结核、骨结核病等症。本文就其质量标准进行研究。

1 仪器和材料

CS-9000 双波长飞点快速扫描仪,紫外分析仪(254nm, 365nm)(均为日本岛津);PBQ-I 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);点样用定量毛细管(Drummond Scientific CO USA)。

芸香采集于广西南宁郊区,经本院刘寿养副教授鉴定为芸香科植物芸香 *Rutagaveolens* L. 的地上部分。复方芸香片(本院研制品,广东佛山市第二制药厂协助生产)。补骨脂素对照品(中国药品生物制品检定所)。硅胶 G(青岛海洋化工厂产品)。实验所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 常规检查 按中国药典方法进行重量差异,崩解时限检查及水份测定^[1],三批样品均符合药典该项目的要求。

2.2 定性鉴别

2.2.1 样品液制备 取复方芸香片 10 片,除去糖衣,研成粉末,用氯仿冷浸 24h 后,加热回流 1h,过滤,滤液浓缩至 2ml,备用。

阳性对照液制备 称取芸香粉末 2g,用氯仿冷浸 24h,余同上。

阴性对照液制备 制备除芸香外的复方芸香片,除去糖衣,研成粉末,称取约 2g,余同上。

补骨脂素对照液 取补骨脂素适量,加 95%乙醇适量制成对照液。

操作方法 将上述 4 种溶液分别用毛细管吸取适量,点于同一薄层板上,以苯-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展距 15cm,晾干后,在紫外灯 365nm 下观察,结果表明,样品、阳性对照、化学对照品对照,在相同 R_f 值处,分别显相同颜色的荧光斑点,而阴性对照在此 R_f 处无斑点,见图。

2.3 补骨脂素含量测定

2.3.1 层析条件 用硅胶 G 加 0.7%CMC-Na(1:3),用电动搅拌器搅匀后,用自动铺板器铺板,规格 10cm×20cm×0.5mm,晾干,于 110℃活化 1h 置干燥器中备用。展开剂:苯-乙酸乙酯(9:1)。

2.3.2 补骨脂素对照液制备 精密称定补

* 本院药理学系 92 级本科生

** 为广西教育厅科研项目

骨脂素 3.248mg,加 95%乙醇定容于 10ml 容量瓶中,即得 0.3248mg/ml 的对照液。

2.3.3 样品供试液制备 取复方芸香片 15 片,除去糖衣,研细(过 80 目筛),60℃烘 4h,精密称定约 3g,置索氏提取器中,用氯仿提取至无色,提取液浓缩后,用氯仿定容于 10ml 的容量瓶中。

2.3.4 薄层定性 在同一块薄层板上,分别用毛细管点对照液、样品液适量,按上述条件展开,晾干,在紫外灯(365nm)下观察,结果样品与补骨脂素对照品在 R_f 值相同的斑点处,均显淡蓝色的荧光,参看定性图。

2.3.5 扫描条件 对上述两者 R_f 值相同的斑点,在 200~370nm 波长处进行光谱扫描,结果,两者在 297nm 波长处有最大吸收;而在 360nm 波长处吸收较小,故采用 $\lambda_s=297\text{nm}$, $\lambda_R=360\text{nm}$,双波长反射法锯齿扫描。

2.3.6 线性关系考察 用定量毛细管精密吸取补骨脂素对照液 1,2,3,4,5 μl ,点于同一薄层板上,按上述条件展开、定位,扫描测定其峰面积,结果表明补骨脂素在 0.3248~1.6240 μg 之范围内,浓度与峰面积的线性关系良好,得回归方程: $Y=17329.6x+5693.2$
 $r=0.9992$

2.3.7 精密度试验 按上述条件,对样品中与补骨脂素对照品 R_f 值相同的斑点进行精密度试验:同一斑点连续扫描 5 次,测得峰面积的 $RSD=0.73\%$;同一样品在同一薄层板上不同位置点样,展开,测得峰面积的 $RSD=1.02\%$, $n=5$;同一样品在不同薄层板上,测得结果, $RSD\leq 3.27\%$ 。

2.3.8 稳定性试验 取样品供试液点样,展开,晾干,以晾干后 15min 起,对其与对照液 R_f 值相同的特征斑点进行扫描测定,每隔

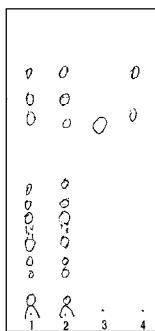


图 复方芸香片中芸香 TLC 图谱
1. 复方芸香片
2. 芸香阳性对照
3. 补骨脂素对照
4. 芸香阴性对照

30min 测定一次,直至 4h,其峰面积的积分值基本不变($RSD=0.89\%$, $n=9$)。

2.3.9 样品测定 分别用定量毛细管,精密吸取样品液 4 μl ,补骨脂素对照液各 2 μl 、3 μl ,分别点于同一薄层板上,用苯-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,展距 12cm,晾干后,在紫外灯下观察,定位,扫描测定其峰面积,并按外标两点法计算,结果见表 1。

表 1 复方芸香片中补骨脂素含量

样品批号	测定结果($n=4$)(mg/片)	$RSD(\%)$
940518	0.426	2.41
940608	0.366	2.99
940708	0.396	3.27

2.3.10 加样回收率测定 精密称取补骨脂素对照品适量,加入样品中,余按上述条件进行测定,结果见表 2。

表 2 加样回收率测定结果

编号	样品原有含量(mg)	测得总量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	$RSD(\%)$
1	1.657	3.274	99.57		
2	1.717	3.290	96.86	98.26	1.58
3	1.591	3.217	100.1		
4	1.643	3.236	98.09		
5	1.623	3.193	96.67		

注:加入量均为 1.624mg

3 讨论

3.1 在定性鉴别中,采用薄层色谱进行鉴别,该法前处理简单,可供鉴别的斑点多。样品与阳性对照、补骨脂素对照品在相同 R_f 值处均显相同颜色的荧光斑点。因此,本系统鉴别方法专属性强,且灵敏,笔者认为本法可作为其鉴别手段,也可以作为该制剂主药芸香的定性标准。

3.2 在含量测定中,已知方中主药芸香含有补骨脂素、挥发油、生物碱、黄酮类、香豆素等多种成分^[2],而芸香原药材采用补骨脂素作为含测手段已有报道^[3],且补骨脂素具有清热解毒之作用^[2],与本方功效相一致,从本法测定中,方法可行,平均加样回收率为 98.28%, $RSD=1.56\%$,因此,笔者认为以

补量脂作为定量指标,用本法测定有一定实际意义。

参考文献

1 中华人民共和国药典.一部.广州:广东科技出版社,1995,附录.54

- 2 季宇彬.中药有效成分药理与应用.哈尔滨:黑龙江科技出版社,1995.358
- 3 甄汉深.双波长薄层扫描法测定芸香的补骨脂素含量.中药材,1996,19(7):359

(收稿:1998-10-26)