

# 清肠散的质量标准研究

李新中 雷 鹏

(湖南医科大学湘雅医院药剂科 长沙 410008)

**摘 要** 用薄层色谱法鉴别清肠散中大黄、甘草。用高效液相色谱法测定大黄素的含量,用重量法测定硫酸钠的含量。方法简便,专属性强,重现性好,可作为本品的质量控制标准。

**关键词** 清肠散 大黄素 薄层色谱法 高效液相色谱法

## A Study on the Quality Criteria for Qingchangsang Powder

Li Xinzhong, Lei Peng

(Department of pharmacy, Xiangya Hospital, Hunan Medical University, Changsha, 410008)

**Abstract:** Radix et Rhizoma Rhei and Radix et Rhizoma Glycyrrhiza in Qingchangsang Powder were identified by TLC. The contents of emodin in the preparation was determined by HPLC and Sodium sulfate in the preparation determined by Gravimetric method. The methods of the qualitative identification and the quantitative determination can be used for quality control because of their convenience, accuracy and good reproducibility.

**Key words:** Qingchangsang powder, emodin, TLC, HPLC

清肠散为调胃承气汤的改进剂型,由大黄、玄明粉、甘草等组成。临床上用于阳明腑实症的便秘及术前清肠。为控制产品质量,保证临床用药效果,对方中大黄、甘草的定性鉴别及大黄素、硫酸钠的含量测定方法进行了研究,制定了该产品的质量标准。

### 1 材料与仪器

高效液相色谱仪(美国 HP1050);大黄 *Rheum palmatum L.*、甘草 *Glycyrrhiza uralensis Fisch.*,对照药材及大黄素、甘草次酸对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶 G 及硅胶 H(青岛海洋化工厂);试剂均为 AR 级。清肠散实验样品(本科制备)。

### 2 方法与结果

#### 2.1 定性鉴别

**2.1.1 大黄的薄层鉴别** 取样品 0.5g,加甲醇 20ml,浸渍 1h,滤过,取滤液 5ml,蒸干,加水 5ml 使溶解,再加盐酸 0.5ml,置水浴加热 30min,立即冷却,用乙醚 20ml 分 2 次提取,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加氯仿 1ml 使溶

解,作为供试品溶液。另分别取大黄对照药材 0.1g 及缺大黄样品 0.5g,按上法制备对照药材溶液和阴性对照溶液,再取大黄素对照品,加氯仿制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。分别吸取上述 4 种溶液各 5 $\mu$ l,点于同一硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30~60 C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层液为展开剂。展开,取出,晾干,置紫外灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的五个橙色荧光斑点;在与对照品色谱相应的位置上,显相同的一个橙色斑点;置氨气中熏后,斑点变为红色;阴性对照色谱在与对照品色谱及对照药材色谱相应的位置上均无相应的斑点,见图 1。

**2.1.2 甘草的薄层鉴别** 取样品 2g,加盐酸 1ml,氯仿 15ml,加热回流 1h,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另分别取甘草对照药材 0.5g 及缺甘草样品 2g,按上述方法制备对照药材溶液和阴性对照溶液。再取甘草次酸对照品,加乙醇制

成每1ml 含1mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述4种溶液各5 $\mu$ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30~60 C)-苯-醋酸乙酯-冰醋酸(10:20:7:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸乙醇溶液,在105 C 烘约5min,供试品色谱中,分别在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;阴性对照色谱在对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上均无相应斑点,见图2。

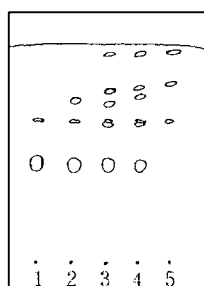
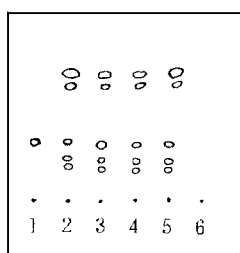


图1 大黄薄层色谱图  
1. 大黄素对照品 2. 大黄药材  
3. 4. 5. 样品 6. 阴性

图2 甘草薄层色谱图  
1. 甘草次酸对照品 2. 甘草药材  
3. 4. 样品 5. 阴性

## 2.2 大黄素的含量测定

**2.2.1 色谱条件** 色谱柱:Hypersil ODS 柱100 $\times$ 4.6mm;流动相:甲醇-水-磷酸缓冲液(pH=2)为70:5:25;流速:1.0ml/min;柱温:30 C;检测波长:254nm。理论塔板数按大黄素计不低于5000。

**2.2.2 标准曲线** 精密吸取大黄素对照品溶液(36.60 $\mu$ g/ml)1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0ml,置10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取10 $\mu$ l 注入高效液相色谱仪测定,结果见图3,并以大黄素峰面积积分值对进样量( $\mu$ g)进行回归处理,得回归方程为: $Y=3440x-399, r=0.9998$ ,可见在此范围内有良好的线性关系。

**2.2.3 精密度试验** 精密吸取对照品溶液(21.96 $\mu$ g/ml)10 $\mu$ l 重复进样5次,峰面积积分值结果的 *RSD* 为1.67%。

**2.2.4 供试品溶液的制备与测定** 取本品约0.5g,精密称定,置100ml 量瓶中,加甲醇约90ml,超声提取1h,取出,补充甲醇至刻

度,摇匀,滤过,取续滤液20ml,置圆底烧瓶中,挥干甲醇,残渣加硫酸液(5mol/L)20ml 使溶解,再加氯仿40ml,水浴回流4h,放冷,分取氯仿液,酸液再加氯仿回流提取4次,每次30ml,20min,每次氯仿提取液依次用同一水25ml 洗涤,合并氯仿液,挥干氯仿,残渣加甲醇溶解,定容至5ml,摇匀,微孔滤膜(0.05 $\mu$ m)滤过,滤过液为供试品溶液。取此液10 $\mu$ l 注入高效液相色谱仪,结果见图4。

**2.2.5 空白对照液的制备与测定** 取不含大黄的阴性样品,按供试品溶液的制备方法制备,测定,结果表明处方中其它成分不干扰大黄素的测定,见图5。

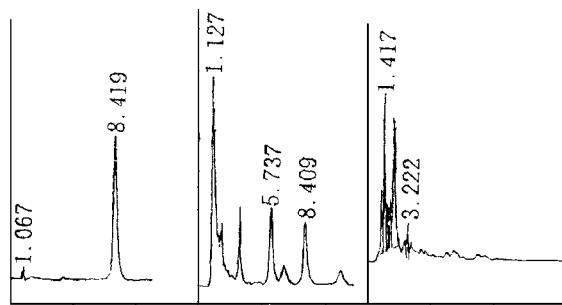


图3 大黄素色谱图; 图4 供试品色谱图; 图5 对照品色谱图

**2.2.6 重现性试验** 取同一批样品(批号:950916)5份,分别按样品测定方法进行测定,其含量测定结果的 *RSD* 为3.78%。

**2.2.7 稳定性实验** 精密吸取对照品溶液(21.96 $\mu$ g/ml)及样品溶液各10 $\mu$ l,分别于0、15、30、60、180和1440min 进样,其测定结果的 *RSD* 分别为1.19%、1.35%。

**2.2.8 回收率试验** 精密称取已知含量的清肠散5份,约0.3g,分别添加大黄素对照品溶液(41.2 $\mu$ g/ml)1.0、2.0、4.0、6.0、8.0ml,按供试品溶液的制备方法制备,测定,计算回收率,其平均回收率为99.28%,*RSD* 为2.26%。

**2.2.9 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 $\mu$ l,依法测3批样品,大黄素含量分别为0.081%、0.078%、0.088%。

## 2.3 硫酸钠的含量测定

**2.3.1 样品的测定** 取本品约0.4g,精密称

定,置坩锅中炽灼,使有机物完全灰化,放冷,残渣转移至烧杯中,加水至约200ml,加盐酸1ml,煮沸,不断搅拌,并缓缓加入热氯化钡溶液,至不再生成沉淀,置水浴上加热30min,静置1h,用无灰滤纸过滤,沉淀用水分次洗涤,至洗液不再显氯化物的反应,干燥,并炽灼至恒重,精密称定,与0.6086相乘,即得供试品中含有硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )的重量<sup>[1]</sup>,3批样品结果为58.5%,60.0%,59.3%。

**2.3.2 重现性试验** 取同一批样品(950916)5份,分别按样品测定方法进行测定,其含量测定结果的RSD为1.23%。

**2.3.3 空白对照液的制备与测定** 取不含玄明粉的阴性样品,按供试品溶液的制备方法制备,测定,结果表明处方中其它成分不干扰硫酸钠的测定。

### 3 讨 论

**3.1** 在薄层鉴别实验中,样品及空白对照均采用平行试验,结果表明各检出成分不受清肠散中其它成分的干扰,专属性强。

**3.2** 大黄素的含量测定方法。本文采用反相高效液相色谱法,结果令人满意。考虑大黄素在酸中不稳定,采用酸水中加入氯仿回流提取,使游离出来的大黄素进入氯仿层,避免在酸水中时间长而破坏。

**3.3** 硫酸钠含量测定方法参考药典,为达到消除干扰的目的,本法采用先将有机物成分炽灼灰化后,用重量法测定硫酸钠效果良好。

#### 参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.广州:广东科学技术出版社,1995年版1995.94

(收稿:1997-05-23)