

升板灵口服液质量标准的研究

刘杰 周祥吉* 都恒青 杨振江 魏武英 (河南省中医药研究院 郑州 450004)

摘要 采用薄层色谱法对升板灵口服液中金银花、当归、白芍进行定性鉴别,用薄层扫描法测定其中贵重药材三七的主要成分人参皂甙 Rg1 的含量。

关键词 升板灵口服液 人参皂甙 Rg1 薄层扫描法

Studies on the Quality Standard of Shengbanling Oral Liquor

Liu Jie, Zhou Xiangji, Du Hengqing, Yang Zhenjiang, Wei Wuying

(Henan Academy of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Zhengzhou, 450004)

Abstract: Flos Lonicerae, Radix Angelicae Sinensis, and Radix Paeoniae Alba in Shengbanling oral liquor were identified by TLC. The content of ginsenoside Rg1 of Radix Notoginseng in the preparation was determined by a TLCS method.

Key words: Shengbanling Oral Liquor, Ginsenoside Rg1, TLCS

升板灵口服液是由生地黄、当归、金银花、白芍和三七等中药加工而成的中成药,具有清热解毒,滋阴补血、凉血止血之功效,临床上用于治疗原发性血小板减少性紫癜。为了建立本品质控标准,我们对其中当归、金银花、白芍的鉴别方法进行了研究,并选择三七主要成分人参皂甙 Rg1 作为定量指标,用薄层扫描法进行含量测定。结果表明该法操作简便,结果准确,可以作为该药品的质控标准。

1 仪器与试药

CAMAG TLC SCANNER II 薄层扫描仪(瑞士 CAMAG), Copam 计算机, CATS 薄层扫描软件, Nanomat II 点样仪和定量毛细管(瑞士 CAMAG)。双槽层析缸(上海信谊仪器厂), 硅胶 G(青岛海洋化工厂)。

人参皂甙 Rg1、芍药甙、绿原酸对照品及当归对照药材(中国药品生物制品检定所)。升板灵口服液样品(郑州奥林特制药厂,批号:960120, 960126, 960203, 960312)。

薄层板:取硅胶 G,加适量0.3%羧甲基纤维素钠水溶液研匀,用涂铺器铺制。规格为

(10×10)cm, (10×20)cm, 厚度约500μm。105℃活化40min 置干燥器内备用。

2 薄层定性鉴别

2.1 当归

2.1.1 取本品20ml,加乙醚萃取2次(20、20ml),合并乙醚液,水层备用。室温挥去乙醚,残渣加甲醇2ml 溶解,作为供试品溶液。取当归对照药材0.5g,加乙醚5ml,浸泡30min,取上清液作为对照药材溶液。同时制备缺当归口服液的空白对照液。

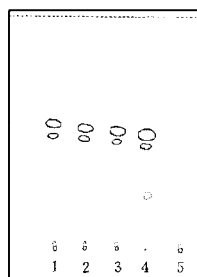


图1 当归薄层色谱图

1、2、3 供试品
4 当归对照药材
5 缺当归空白对照

2.1.2 吸取供试液5μl,对照药材液10μl,空白对照液5μl,分别点于同一薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视^[1]。供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上,显相同颜色的荧光斑点,而空白对照液色谱中则无相应斑点。见图1。

* 河南中医学院中药系九六届实习生

2.2 白芍

2.2.1 取2.1.1项下备用水层,加乙酸乙酯萃取2次(20、20ml),合并乙酸乙酯液,挥去溶剂,残渣加乙醇1.5ml溶解,作为供试品溶液。取芍药甙对照品,加甲醇溶解,制成每1ml含1mg的对照品溶液。同时制备缺白芍口服液的空白对照液。

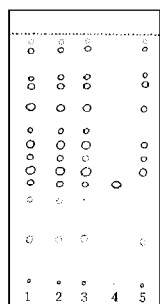


图2 白芍薄层色谱图
1、2、3 供试品
4 芍药甙对照品
5 缺芍药空白对照

2.2.2 吸取上述3种溶液各5 μ l,分别点于同一薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(8:1:2:0.04)为展开剂,展开,展距15cm,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,105 C烘烤数分钟,显色^[1]。供试品色谱中在与对照品色谱相应位置

上,显相同颜色的斑点,而空白对照液色谱中无相应斑点。见图2。

2.3 金银花

2.3.1 取本品15ml,加适量盐酸调至酸性(pH值约为3),用乙酸乙酯萃取2次(15、15ml),合并乙酸乙酯液,挥去溶剂,加甲醇约1ml溶解,作为供试品溶液。取绿原酸对照品,加甲醇溶解制成每1ml中含1mg的对照品溶液。同法制得缺金银花口服液的空白对照溶液。

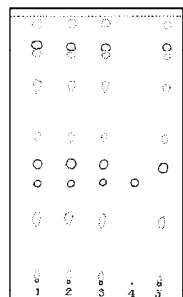


图3 金银花薄层色谱图
1、2、3 供试品
4 绿原酸对照
5 缺金银花空白对照

2.3.2 吸取供试液3 μ l,对照品溶液5 μ l,空白对照液10 μ l,分别点于同一薄层板上,以醋酸丁酯-甲醇-水(7:2.5:2.5)上层液为展开剂,展开,展距15cm,取出,晾干,在紫外光灯(365nm)下观察^[1]。供试品色谱中在与对照品色谱

相应位置上显相同颜色的荧光斑点,而空白

对照液色谱中,无相应的斑点。见图3。

3 含量测定

3.1 色谱条件 参照文献方法^[1]选择氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(6:16:8.8:4)10 C以下放置分层的下层液为展开剂,喷以10%硫酸乙醇溶液,105 C烘烤5~8min显色。

3.2 测定溶液的制备 精密量取本品20ml,置分液漏斗中,用水饱和正丁醇萃取4次(20、20、20、10ml),合并正丁醇液,以氨试液洗涤2次(20、15ml),正丁醇液水浴蒸干,加甲醇定容于5ml容量瓶中,作为供试品溶液。精密称取100 C干燥至恒重的人参皂甙Rg1对照品,加甲醇制成每1ml中含0.48mg的对照品溶液。同法制得缺三七口服液的空白对照液。

3.3 扫描条件及扫描波长的选择 扫描条件:单波长线性扫描, $\lambda_s = 529\text{nm}$,钨灯,狭缝0.5 \times 6mm,扫描速度4mm/s。扫描波长的选择:吸取供试品溶液和人参皂甙Rg1对照品溶液各5 μ l,分别点于同一薄层板上,展开,显色,在400~600nm波长范围内,对Rg1斑点及供试品溶液中相应的斑点进行光谱扫描,结果2者均在529nm处有最大吸收,故选择 $\lambda_s = 529\text{nm}$ 。

3.4 空白干扰实验 取3.2项下的3种溶液各2~5 μ l,分别点于同一薄层板上,依法展开,扫描,得薄层扫描图。由图中可见,空白对照液中无干扰人参皂甙Rg1测定的成分。(图4)

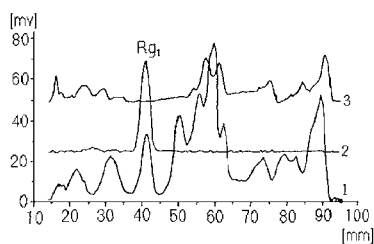


图4 薄层扫描图
1、供试品
2、对照品
3、缺三七空白对照

3.5 标准曲线的绘制 精密吸取人参皂甙Rg1对照品溶液1、2、3、4、5 μ l,分别点于同一薄层板上,依法展开,测定。以点样量(μ g)对峰面积进行回归分析,得标准曲线为 $Y = 60.59 + 518.43x$ $r = 0.9996$ 。表明在0.48~

2.4 μg 点样量范围内,峰面积与点样量呈良好的线性关系。

3.6 精密度考察 在同一薄层板上,分别点5个对照品溶液点,均为 $2\mu\text{l}$,展开后扫描测定其峰面积,并计算相对标准偏差 RSD 为 2.5% ($n=5$)。

3.7 稳定性实验 在避光条件下,对同一薄层板上供试品色谱中的人参皂甙 Rg_1 斑点,每间隔 $15\sim 20\text{min}$ 扫描一次,6次测定值分别为985、977、965、959、973、940,其 $RSD = 1.6\%$ ($n=6$)。表明1.5h内峰面积积分值基本稳定。

3.8 样品测定 精密吸取供试品溶液 $5\mu\text{l}$,对照品溶液 $1, 5\mu\text{l}$,交叉点于同一薄层板上,依法展开,显色,扫描测定。结果3批样品中人参皂甙 Rg_1 含量分别为:960120: $39.7\mu\text{g/ml}$ ($RSD = 2.1\%$, $n=3$); 960126: $38.5\mu\text{g/ml}$ ($RSD = 2.3\%$, $n=3$); 960203: $46.5\mu\text{g/ml}$ ($RSD = 2.6\%$, $n=3$)。

3.9 回收率实验 精密量取已知人参皂甙 Rg_1 含量的升板灵口服液(批号960203,含量为 $46.5\mu\text{g/ml}$)2份,每份 20ml 和升板灵口服液(批号960312,含量为 $52.0\mu\text{g/ml}$)3份,每

份 10ml ,分别精密加入一定量的人参皂甙 Rg_1 对照品,依法处理测定,计算加样回收率,结果见表1。

表1 回收率试验

加样前 Rg_1 含量(mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
0.93	0.51	1.42	96.1		
0.93	0.56	1.47	96.4		
0.52	0.48	0.98	95.8	96.9	1.2
0.52	0.45	0.96	97.8		
0.52	0.62	1.13	98.4		

4 讨论

4.1 白芍和金银花的鉴别均应用长板,展距延长可使芍药甙和绿原酸斑点与干扰成分分离,易于检视。

4.2 鉴别金银花中的绿原酸时,制备供试液过程中将样品酸化,可使绿原酸呈游离态,可充分转溶于有机溶剂,与干扰成分分离,宜于进行薄层色谱鉴别。

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,1995.458,86,190,5

(收稿:1996-12-17)