

小儿清热导滞颗粒质量控制的实验研究

徐韧柳 刘明凯* 戴敬(河北省药品检验所 石家庄 050011)

摘要 采用薄层色谱法对小儿清热导滞颗粒进行定性研究,并采用薄层扫描法测定大黄酚的含量。方法简便、结果准确、重现性好,可作为本品的质量控制标准。

关键词 小儿清热导滞颗粒 薄层色谱 大黄酚 薄层扫描

Experimental Studies on the Quality Control of Xiaoer Qingre Daozhi Granule

Xu Renliu, Liu Mingkai, Dai Jing

(Hebei Provincial Institute for Drug Control, Shijiazhuang, 050011)

Abstract: Xiaoer Qingre Daozhi granule was qualitatively analysed by TLC. The content of chrysophanol in the granule was determined by TLCS. Simple, accurate and reproducible, this method could be used in the quality control of the preparation.

Key words: Xiaoer Qingre Daozhi granule, TLC, chrysophanol, TLCS

小儿清热导滞颗粒是承德市中药厂研制的新药,由大黄、大青叶、广藿香、前胡等 11 味中药组成,具有健胃消食,清热透表的功能,是治疗小儿食积发热的良药。大黄为该制剂主要药味,大黄酚是大黄的主要成分之一^[1]。采用薄层扫描法测定了该产品中大黄酚的含量^[2],并建立了广藿香和前胡的薄层鉴别方法,可以有效地控制产品质量,现报道如下。

1 仪器与试药

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(美国 Drummond),硅胶 G(青岛海洋化工厂),小儿清热导滞颗粒(承德市中药厂),前胡药材为伞形科植物白花前胡 *Peucedanum praeruptorum* Dunn 及紫花前胡 *Peucedanum decursivum* Manim. 的干燥根,经本所中药室鉴定。大黄酚、百秋李醇对照品(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别

2.1.1 广藿香 取样品 20g,置 500ml 圆底烧瓶中,加水 200ml,植物油 2 滴,连接挥发油测定器,将石油醚(60~90℃)1.5ml 加入侧管中,加热回流 2h,放冷,取石油醚层作为供试品溶液,另取百秋李醇加石油醚(60~90℃)制成每 1ml 含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。同时制备缺广藿香的空白对照溶液。吸取上述溶液各 5 μ l,分别点于同一硅胶 G(CMC)薄层板上,以石油醚(30~60℃)-醋酸乙酯-冰乙酸(95:5:0.2)为展开剂,取出,晾干,喷以 5%三氯化铁乙醇溶液,热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,空白对照液无相应斑点,见图 1。

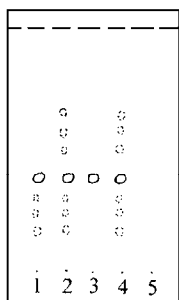


图 1 广藿香 TLC 图
1、2、4、样品
3、百秋李醇对照品
5、广藿香空白对照

2.1.2 前胡 取样品

15g,加热水 60ml,搅拌使溶解,放冷,用乙醚萃取 2 次,每次 25ml,合并萃取液,挥干,残渣加醋酸乙酯 1ml 使溶解,作为供试品溶液,另取前胡对照药材 1g,加醋酸乙酯 15ml,回流提取 30min,滤过,滤液挥至约 1ml 作为对照药材溶液。同时制备缺前胡的空白对照溶液。吸取上述溶液各 5 μ l 点于同一 1%氢氧化钠 CMC 硅胶 G 板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(2:4:2:1)下层液为展开剂,展开后取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱在与对照药材色谱相应的位置上显相同的颜色的 3 个荧光斑点,空白对照液无相应斑点,见图 2。

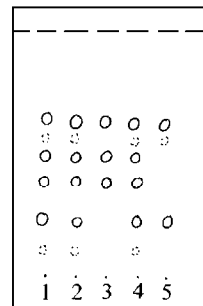


图 2 前胡 TLC 图
1、2、4、样品
3、前胡对照药材
5、前胡空白对照

2.2 含量测定

2.2.1 样品及对照品溶液的制备 精密称取研细并过 2 号筛的样品约 15g,置磨口三角瓶中,精密加入 50ml 乙醇,塞紧,称定重量,浸泡 1h 后加热回流 1h,放冷,用乙醇补足减失的重量,滤过,精密吸取续滤液 25ml 置烧瓶中,回收溶剂至干,加入盐酸-水(1:10)溶液 25ml,沸水浴中加热水解 1h,冷却,用乙醚萃取 5 次(20ml \times 2,15ml \times 3),合并乙醚液,挥干,残渣用醋酸乙酯溶解并定容至 5ml,作为供试品溶液。

精密称取大黄酚对照品加醋酸乙酯制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.2.2 薄层色谱条件 精密吸取对照品溶液 1、3 μ l,供试品溶液 10 μ l 交叉点于同一薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-甲酸(20:2:2)上层液为展开剂,开展,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视确定斑点位置。

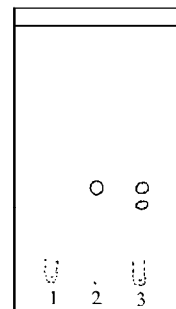


图 3 大黄酚 TLC 图
1、大黄空白对照
2、大黄酚对照品
3、样品

制备缺大黄的空白对照溶液,同板展开,结果见图 3。

2.2.3 扫描条件选择 将依法展开后的薄层板置薄层扫描仪中,对大黄酚斑点在 370~700nm 范围内进行光谱

扫描,供试品与对照品吸收曲线吻合,缺大黄的空白对照液在大黄酚相应的色谱位置上无吸收,表明其他组分不干扰大黄酚的测定。选定单波长反射法锯齿扫描 $\lambda_s=430\text{nm}$,灵敏度中等,狭缝 $1.25\times 1.25\text{mm}$, $SX=3$ 。在该条件下进行色谱扫描,供试品分离度良好。见图4。

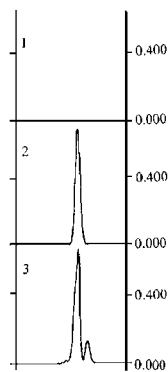


图4 大黄酚
色谱扫描图
1、大黄空白对照
2、大黄酚对照品
3、样品

2.2.4 稳定性试验 取对

照品溶液和供试品溶液点于薄层板上,依法展开,晾干,每间隔一定时间测定一次大黄酚斑点峰面积积分值,结果表明大黄酚斑点在4h内稳定。

2.2.5 线性关系考察 精密吸取大黄酚对照品溶液(0.200mg/ml)1、2、3、4、5、6、7、8 μl 分别点于同一薄层板上,依法展开,测定。以点样量(μl)为横坐标,斑点面积积分值为纵坐标进行回归分析,得直线 $Y=39396x+461$, $r=0.9999$,表明大黄酚点样量在0.2~1.6 μg 范围内与峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.2.6 回收率试验 精密称取已知含量的样品6份,精密加入一定量的大黄酚对照品,依上述样品的测定方法进行的操作,按外标两点法计算,平均回收率为98.71%, RSD 为2.42%。结果见表1。

表1 加样回收率测定结果

编号	加入对照品量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD (%)
1	0.200	0.2068	103.39		
2	0.200	0.1960	97.78		
3	0.400	0.3878	96.96	98.71	2.42
4	0.400	0.3932	98.30		
5	0.400	0.3942	98.55		
6	0.400	0.3882	97.06		

2.2.7 样品测定 按上述测定8批样品中

大黄酚的含量。结果见表2。

表2 样品中大黄酚含量测定结果

编号	测定值(mg/100g)		\bar{x} (mg/100g)
1	2.00	1.89	1.95
2	3.19	3.16	3.18
3	2.67	2.62	2.64
4	3.39	3.26	3.33
5	1.52	1.27	1.40
6	1.57	1.48	1.52
7	2.58	2.64	2.61
8	1.84	1.86	1.85

2.2.8 精密度试验 对大黄酚某一斑点,按上述条件反复测定6次,峰面积的积分值的 RSD 为0.28%;将大黄酚对照品溶液1 μl 点于同一薄层板上,共点5个斑点,按上述条件展开,扫描,5个斑点面积积分值的 RSD 为0.91%;将大黄酚对照品溶液1 μl 分别点在5块薄层板上,展开,扫描,峰面积积分值的 RSD 为2.94%。

2.2.9 重现性试验 按拟定的含量测定方法,精密称取同一批号样品5份进行试验,大黄酚含量的 RSD 为3.07%。

3 讨论

3.1 对广藿香、前胡进行薄层鉴别及大黄酚含量测定时均制备相应缺味样品进行阴性对照试验,其它药味无干扰,说明方法具有专属性。广藿香鉴别项提取挥发油时加入植物油是为了消除沸腾产生的泡沫。

3.2 大黄及其制剂中以大黄素含量测定方法报道较多^[3,4],本文选用大黄酚为检测指标进行含量测定。该项在用乙醚萃取时,两相溶液分层要彻底。用乙醚萃取5次后,继续用乙醚萃取,按样品方法定容点样,进行薄层层析,未检出大黄酚斑点,说明已将大黄酚提取完全。扫描前薄层板上的溶剂一定要充分挥干,否则峰面积积分值有波动,影响实验结果的稳定性。

参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海:上海科学技术出版社,1977. 102
- 2 徐韧柳,宁彤. 十香止痛丸质量标准的研究. 中

草药, 1995, 26(12): 629

- 3 冯燕, 肖伟, 黄驰, 等. 薄层扫描法测定妇乐冲剂(无糖浓缩型)中大黄素的含量. 中成药, 1994, 16(4): 19

- 4 陈定一, 王静竹, 赵砚红. 高效液相色谱法测定大黄及其炮制品中总大黄素的含量. 中国中药杂志, 1994, 19(9): 538

(收稿: 1997-07-18)