

# 梦醒安神片质量标准研究

黄青<sup>1</sup>, 张洪岩<sup>1</sup>, 李勇<sup>1</sup>, 张本<sup>1</sup>, 李有才<sup>2</sup>

(1 吉林省中医中药研究院, 长春 130021; 2 长春中医学院附属医院, 长春 130021)

关键词: 盐酸小檗碱; 双波长扫描

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(1999)05-0022-02

梦醒安神片是由我院研制的中药三类新药, 也是 1996 年申请的国家新药基金重点资助的项目之一。由黄连、大黄、胆南星、金礞石、石菖蒲、郁金、丹参、酸枣仁、缬草、香附等 10 味药材组成的复方制剂, 为了控制产品质量, 对其进行了质量标准研究。制定了薄层鉴别方法和薄层扫描含量测定的条件。结果表明, 本法操作步骤简便, 重现性好, 为本品质量控制提供了科学依据。

## 1 仪器与试药

岛津 CS-930 型双波长薄层扫描仪; 定量毛细管(Drummond Co. USA); 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂生产); 盐酸小檗碱、大黄酚、胆酸、酸枣仁皂甙 A 对照品(中国药品生物制品检定所), 梦醒安神片是由吉林省中医中药研究院药厂提供。所用试剂均为分析纯。

## 2 实验方法及结果

### 2.1 薄层色谱鉴别

**2.1.1 大黄的定性鉴别** 取本品 10 片(除去糖衣), 研细, 加甲醇 100ml, 回流提取 2h, 提取液回收至干, 加 1:10 的盐酸水溶液 50ml 溶解残渣, 于沸水浴中加热 30min, 冷却, 滤过, 滤液用乙醚萃取 3 次, 每次 30ml, 合并萃取液, 回收乙醚至干, 用少量甲醇溶解残渣, 作为供试品溶液。同时做空白对照。另取大黄酚对照品加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 3 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30~60 C)-甲酸乙酯-甲酸(15

: 5: 1) 上层溶液为展开剂, 展开, 取出、晾干。在紫外灯(365nm)下检视, 供试品色谱中与对照品色谱, 在相应位置上显相同颜色的斑点, 空白对照品溶液无干扰<sup>[1]</sup>。

**2.1.2 胆南星的定性鉴别** 取本品 10 片(除糖衣)。研细, 加甲醇 50ml, 回流提取 1h, 冷却, 滤过, 取 10ml 滤液浓缩至 2ml, 作为供试品溶液。同时做空白对照液。另取胆酸对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各 2 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-冰醋酸-乙醚(2: 1: 2)为展开剂, 展距为 10cm, 取出, 晾干, 用 10% 磷钼酸乙醇溶液显色, 在可见光下, 供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 空白对照液无干扰<sup>[2]</sup>。

**2.1.3 酸枣仁的定性鉴别** 取鉴别[2.1.2]项下的甲醇提取液 30ml, 蒸干, 残渣用 10ml 水溶解, 乙醚萃取 2 次, 每次 10ml, 弃去醚层, 继用水饱和的正丁醇萃取 3 次, 每次 10ml, 回收正丁醇至干, 残渣用甲醇 1ml 溶解, 作为供试品溶液。同时做空白对照液。另取酸枣仁皂甙 A 对照品加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以水饱和的正丁醇为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在 80 C 下烘干, 喷以 1% 香草醛硫酸溶液显色, 供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 而空白对照液无干扰<sup>[1]</sup>。

## 2.2 盐酸小檗碱的含量测定

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取盐酸小檗碱对照品适量,加甲醇制成每毫升含0.102mg的溶液作为对照品溶液。

**2.2.2 供试品溶液及除黄连的阴性样品溶液的制备** 取本品10片,除糖衣,研细,精密称定,置索氏提取器中,用盐酸-甲醇(1:100)溶液80ml提取至无色,将提取液定量移至100ml量瓶中,作为供试品溶液。阴性样品溶液的制备同法制得。

**2.2.3 扫描条件** 反射法锯齿扫描,双波长 $\lambda_S=348\text{nm}$ , $\lambda_R=300\text{nm}$ ,线性化系数 $SX=3$ 。

**2.2.4 线性关系考察** 精密吸取对照品溶液2、4、6、8、10 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:7:1:1)溶液为展开剂展开,扫描。以测定峰面积积分值为纵坐标Y,以浓度x为横坐标,得一回归方程: $Y=1138.268+10967.39x$ , $r=0.9998$ 。说明点样量在0.242~1.02 $\mu\text{g}$ 范围内,浓度与峰面积积分值具有良好的线性关系。

**2.2.5 空白试验** 精密吸取供试品溶液,黄连阴性对照品溶液与对照品溶液各4 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一硅胶G薄层板上,依法展开,取出,晾干。在可见光下,空白试验未见干扰,并分别在双波长扫描仪进行扫描,阴性对照品色谱图中,在与盐酸小檗碱特征吸收峰相对应位置上,未见干扰峰。

**2.2.6 稳定性考察** 取盐酸小檗碱对照品溶液4 $\mu\text{l}$ ,点于薄层板上,依法展开,扫描,每隔半小时扫描一次。结果在0.5~2.0h内,吸收值基本不变, $RSD=1.4\%$ 。

**2.2.7 精密度考察** 精密吸取供试品溶液5 $\mu\text{l}$ ,点于同一硅胶G薄层板上,共点5份,依

法操作,测定。 $RSD=1.34\%$ 。

**2.2.8 重现性实验** 精密吸取同一方法操作的同批样品4 $\mu\text{l}$ ,依法展开,测定,其结果平均每片含4.484mg的盐酸小檗碱, $RSD=3.04\%$ ( $n=5$ )。

**2.2.9 回收率试验** 取已知含量的样品5份,加入一定量盐酸小檗碱对照品,依法操作,平均回收率为97.21%, $RSD$ 为21.2%( $n=5$ )。

**2.2.10 样品含量测定** 精密吸取供试品溶液2 $\mu\text{l}$ ,对照品溶液2、4 $\mu\text{l}$ ,分别点于同一硅胶G薄层板上,依法展开和测定。所测梦醒安神片中盐酸小檗碱含量为4.87,4.61,4.65mg/g。

## 3 讨论

关于中成药中盐酸小檗碱成分的薄层扫描测定,曾有报导用正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2)、苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨液(6:3:1.5:1.5:0.5),层析槽另一侧则加入与展开剂同体积的浓氨试液,平衡10~15min,展距为8cm,展开后扫描测定,但均不适用于梦醒安神片的含量测定,在这种条件下,分离小檗碱成分比较困难。用本文操作方法,排除制剂中其它多种药材的干扰,使其检测获得更好的效果。测定结果准确可靠,分离度及重现性均较好。

## 参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典[M]. 一部. 广州:广东科学技术出版社,1995. 17,322
- [2] 刘红训. 中药材薄层色谱鉴别[M]. 天津:科学技术出版社,1989. 642

(收稿日期:1998-10-19)