

降脂祛痰片中大黄酚含量测定

张济群(广东省珠海市斗门县人民医院, 珠海 519100)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(1999)05-0024-02

降脂祛痰片由决明子、半夏、橘红、丹参、茯苓等十味中药组成。具有化痰降脂等功效。临床用于治疗高血脂症、痰多咳嗽。片中主要药物决明子, 为方中君药, 具有降血脂与降压作用。决明子主要含有蒽醌类, 大黄酚(chrysophanol)、大黄素(Emodin)、大黄素甲醚(physcion)、芦荟大黄素(Aloe-emodin)、大黄酸(Rhein)、决明素(obtusin)等, 这些化合物具有明显的降脂降压抗菌作用, 为方中的有效组分。蒽醌成分的含量测定方法较多, 本实验选择含量较高, 且在薄层板上分离度较好的大黄酚为含量测定成分。文献报导大黄酚的测定方法不少, 有比色法^{[1][2]}, 高效液相色谱法^{[3][4][5]}等。本文采用薄层扫描色谱法测定了降脂祛痰片中大黄酚的含量。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-920 型薄层扫描仪; 10 微升进样器; 大黄酚对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0796-9404); 石油醚(上海化工总厂); 乙酸乙酯(沈阳试剂一厂); 醋酸(广州大石通用化工厂)等为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试液的制备 分别取降脂祛痰片 4.5g, 精密称定, 置 250ml 园底烧瓶中, 加入蒸馏水 27ml 和 HCl 3.0ml, 摇匀, 置沸水浴回流一小时, 取出, 放冷, 转移至分液漏斗中, 加氯仿 20ml 振摇提取四次(20、20、20、15ml), 合并氯仿液, 回收氯仿, 残余物用无水乙醇分次溶解并定容至 5.0ml, 作供试液。

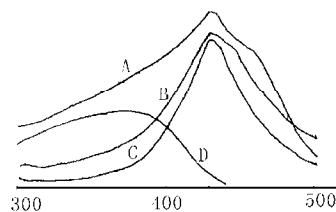
2.2 对照品液的制备 精密称定 1.6mg 大黄酚对照品, 用氯仿 1ml 溶解, 加无水乙醇定容至 5.0ml, 作对照品溶液。

2.3 薄层层析及扫描条件 分别定量吸取 5.0 μ l 供试品 3 份, 对照品液 1 μ l、2 μ l 各 2 份, 分别点样于同一含 0.3% CMC-Na 硅胶 G 薄层板上, 以石油醚-乙酸乙酯-36% 醋酸(14:1:1)为展开剂, 上行展开 8cm, 取出, 晾干, 照薄层色谱法《中国药典》一部 1995 版附录 VIB 薄层扫描法, 进行扫描, 测定波长 $\lambda_s = 428\text{nm}$, 扫描条件为: 线性参数 SX = 7, 光源 W 灯, 狭缝 0.4 × 0.4mm, 反射性锯齿扫描。

2.4 测定波长选择 吸取供试品液与对照品液各 3 μ l, 分别点样于同一薄层板上, 按上述条件展开, 在 300~500nm 范围内进行光谱扫描, 结果两者均在 428nm 处有最大吸收(见附图)。故选定 $\lambda_s = 428\text{nm}$ 。

2.5 专属性试验

取按工艺制备的不含决明子阴性对照样品细粉 4g, 按供试品方法制备作阴性对照液; 另取决明子药材 0.5g, 同法制备作药材对照液; 制备浓度为 0.32mg/ml 大



附图 薄层扫描图谱
A: 决明子药材
B: 大黄酚对照品
C: 供试品
D: 阴性对照品

酚对照品液。取阴性对照液及供试品液各 3.0 μ l、5.0 μ l 和决明子药材对照液及大黄酚对照液各 1.0、2.0 μ l, 分别点样于同一薄层板上, 展开条件同前。试验结果, 证明供试品中其他成分对大黄酚的测定无干扰。(图略)

2.6 标准曲线的绘制 定量吸取 0.32mg/ml 的大黄酚对照品 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、

5.0 μ l,分别点样于同一薄层板上,展开,取出,晾干,以点样量(μ g)为横坐标,斑点面积积分值为纵坐标,得一直线,线性回归方程为 $Y=3606+15510x$, $r=0.996$,线性范围0.16~1.6 μ g之间。

2.7 精密度试验 在同一薄层板上,分别点浓度为0.32mg/ml的大黄酚对照液1 μ l,共点7个,展开,取出,晾干,测定面积积分值,得均值为27994, $RSD=1.59\%$;又于另一薄层板上,取同样的对照液2 μ l,同法测定其均值为53195, $RSD=1.17\%$ 。

2.8 重现性试验 用同一批号的样品,分别测定5次,所得结果见表1。

表1 重现性试验

批号	取样量(g)	大黄酚含量(mg)	平均值($\bar{x}\pm s$)	RSD(%)
	4.6475	0.2668		
	4.6286	0.2689		
980320	4.3281	0.2795	0.2738 \pm 0.0056	2.00%
	4.5324	0.2757		
	4.5813	0.2783		

2.9 回收率试验 精密称取已知含量的降脂祛痰片(批号980331)2.5g,精密加入0.5ml浓度为1.6mg/ml的大黄酚对照液,按样品处理方法处理并测定,结果见表2。

表2 回收率试验

取样量(g)	样品中大黄酚量(mg)	加入大黄酚量(mg)	测得大黄酚量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
2.4059	0.42	0.8	1.174	95.90		
2.4059	0.42	0.8	1.186	97.21		
2.4059	0.42	0.8	1.192	97.70	96.85 \pm 0.97	1.00
2.4059	0.42	0.8	1.192	97.70		
2.4059	0.42	0.8	1.164	95.40		
2.4059	0.42	0.8	1.186	97.21		

2.10 药材分析 取广东新会、阳光两来源不同的决明子药材,分别粉碎成细粉,80 $^{\circ}$ C烘干恒重。取0.4g,精密称定,加60%乙醇50ml,浸泡过液,超声处理30min,过滤,用60%乙醇分次洗涤容器和药渣,合并乙醇液,

置水浴上蒸干,残渣用27ml水分次溶解并转移至250ml圆底烧瓶中,按供试品液制备方法制备并测定,结果见表3。

表3 决明子中大黄酚测定结果

来源	取样量(g)	测得大黄酚含量(%)	平均值($\bar{x}\pm s$)
新会	0.3848	0.454	
	0.3834	0.443	0.448 \pm 0.0077
阳光	0.3904	0.461	
	0.3897	0.475	0.468 \pm 0.0098

2.11 样品测定 按测定方法,分别测定了3批降脂祛痰片剂中大黄酚含量,结果见表4。

表4 样品测定($\bar{x}\pm s$, $n=3$)

批次	取样量(g)	测得大黄酚含量(mg/g)
980223	4.6476	0.272 \pm 0.0013
980320	4.6265	0.282 \pm 0.005
980331	4.1296	0.326 \pm 0.008

3 讨论

3.1 本实验采用薄层扫描法,经薄层分离后其专属性较强,选用石油醚-乙酸乙酯-36%醋酸(14:1:1)为展开剂,其分离度较好。

3.2 本研究加入一定量盐酸将蒽酯甙水解,应用薄层层析扫描法测定了降脂祛痰片剂中大黄酚含量。本法的重现性较好,回收率亦较高并且较稳定,可作为该产品质量控制指标。

参考文献:

- [1] 裴妙荣,贾雄伟,王进民. 生草决明子蒽醌含量测定比较[J]. 中国中药杂志,1990,15(8):9
- [2] 何丽一,罗淑英. 中草药中蒽醌衍生物分析法研究[J]. 药学学报,1980,159(9):555
- [3] 赵陆华,林似兰,王义明. 反相高效液相色谱法测定大黄及中成药中游离蒽酯的含量[J]. 中国药科大学学报,1988,19(4):266
- [4] 罗文毓,江萍. 大黄中五种蒽醌衍生物的测定[J]. 药物分析杂志,1989,9(5):259
- [5] 曹爱民,沙明,孟淑智,等. 高效液相色谱法测定决明子中大黄酚含量[J]. 中国中药杂志,1997,22(2):107

(收稿日期:1998-07-15)