

# 柴茵舒胆颗粒中绿原酸的测定\*

周毅生<sup>1</sup>, 梁华龙<sup>1</sup>, 贾永艳<sup>1</sup>, 张蔚君<sup>2</sup>

(1 河南中医学院, 郑州 450003; 2 空军沈阳 463 医院药剂科, 沈阳 110042)

**摘要:**用聚酰胺薄膜—薄层扫描法测定柴茵舒胆颗粒(冲剂)中绿原酸的含量,对样品的提取、分离和薄层条件进行了优选,平均回收率为 98.82%,RSD 为 2.55%,方法可行,重现性好。

**关键词:**柴茵舒胆颗粒;绿原酸;薄层扫描法

中图分类号:R284.1 文献标识码:B 文章编号:1005-9903(1999)-05-0010-02

## Determination of Chlorogenic Acid in Caiyinshudan Granules

ZHOU Yi-sheng<sup>1</sup>, LIANG Hua-long, JIA Yong-yan<sup>1</sup> ZHANG Wei-jun<sup>2</sup>

(1 Henan College of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450003;

2 The Air Force 463 Hospital, Shenyang 110042)

**Abstract:** The chlorogenic acid content in Caiyinshudan Granules was determined by polyamide membrane TLC-scanner. The optimum conditions of extraction, separation and thin-layer chromatography for sample were choosed. The recovery and RSD were 98.82% and 2.55%, respectively. This method is available with a good reproducibility.

**Key words:** Caiyinshudan granules; chlorogenic acid; TLC-scanner

柴茵舒胆颗粒(冲剂)是由茵陈、柴胡、黄芩、栀子、大黄、白芍、枳实、半夏、生姜、大枣等 10 味中药经加工制成的复方制剂。其处方来源于《伤寒论》中的茵陈蒿汤合大柴胡汤。具清热利湿,疏肝利胆的功效,用于治疗急、慢性胆囊炎,疗效显著。茵陈为方中君药,其利胆作用的主要有效成分为绿原酸<sup>[1]</sup>,含有茵陈的中药制剂多将绿原酸的含量测定作为质量标准中的重要项目<sup>[2]</sup>,故选用双波长薄层扫描法测定柴茵舒胆颗粒中绿原酸的含量。针对样品成分复杂,含糖较多,色谱干扰大的特点,筛选出采用无水乙醇超声波提取,在聚酰胺膜上以 36% 的醋酸展开,经双波长薄层扫描法测定,结果稳定,重现性好。

### 1 仪器、试药与样品

CS-9301 薄层扫描仪(日本岛津);微量分析天平(METTLER AE240 瑞士);定量毛细管(Drummond USA);聚酰胺薄膜(浙江台州

四青生化材料厂);绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所);柴茵舒胆颗粒(试制)。

### 2 实验部

**2.1 薄层扫描条件** 薄层层析用聚酰胺薄膜;展开剂为 36% 醋酸;紫外灯(365nm)定位; $\lambda_S = 340\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 240\text{nm}$ ,反射法锯齿扫描;狭缝 0.4mm×0.4mm, SX=7。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取绿原酸对照品,加甲醇制成 0.102mg/ml 的溶液。

**2.3 供试品溶液和空白溶液的制备** 取柴茵舒胆颗粒细粉、不含茵陈的颗粒样品细粉各 5g,精密称定,分别置具塞锥形瓶中,精密加入无水乙醇 50ml,称定重量,超声提取 40min,取出称重,用无水乙醇补足重量,摇匀,滤过,精密量取中段滤液 25ml,蒸干,残渣加甲醇溶解,定容至 2ml,分别作为供试品溶液和空白溶液。

**2.4 线性关系考察** 分别精密吸取对照品

\* 基金项目:河南省重点科技攻关项目(961200702)

溶液 1, 2, 3, 4, 5 $\mu$ l 点于同一聚酰胺薄膜上, 展开, 取出, 晾干, 紫外灯下定位, 扫描, 测定, 以绿原酸的量为横座标, 峰面积为纵座标, 绘制标准曲线, 其回归方程为  $Y = 14238x + 196.64$ ,  $r = 0.999$ , 绿原酸在 0.102 ~ 0.510 $\mu$ g 范围内线性关系良好。

**2.5 稳定性考察** 取对照品溶液 2 $\mu$ l 点于聚酰胺薄膜上, 展开, 晾干, 定位后每隔 30min 扫描一次, 持续 120min, 平均峰面积为: 3852.187,  $RSD = 2.21\%$  ( $n = 5$ ), 表明斑点峰面积在 120min 内稳定。

**2.6 精密度试验** 在同一薄膜不同位置点相同的供试品溶液, 展开, 扫描测定, 平均峰面积为: 4580.668,  $RSD = 1.57\%$  ( $n = 5$ ); 在不同薄膜上点相同的供试品溶液, 展开, 扫描测定, 平均峰面积为: 4592.319,  $RSD = 2.07\%$  ( $n = 5$ ); 对同一斑点连续扫描测定, 平均峰面积为 4635.001,  $RSD = 0.68\%$  ( $n = 5$ )。

**2.7 重现性试验** 取同一批号的柴茵舒胆颗粒依法重复测定 5 次, 结果含量为: 0.0187%, 0.0182%, 0.0186%, 0.0183%, 0.0185%  $\bar{x} = 0.0183\%$ ,  $RSD = 1.12\%$ 。

**2.8 回收率试验** 精密称取已知含量的同一批柴茵舒胆颗粒, 分别加入浓度为 0.51mg/ml 的绿原酸对照品溶液 1ml, 依法测定, 结果见表 1。

表 1 绿原酸加样回收率测定

样品号	样品含量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	$RSD$ (%)
1	0.46	0.95	96.67		
2	0.45	0.97	99.02		
3	0.45	0.96	101.18	98.82	2.55
4	0.43	0.95	101.37		
5	0.44	0.93	95.88		

**2.9 样品含量测定** 分别精密吸取供试品溶液 1 $\mu$ l, 对照品溶液 1 $\mu$ l, 3 $\mu$ l, 交叉点于同一聚酰胺薄膜上, 展开, 取出, 晾干, 依法测定, 所测绿原酸含量见表 2。

表 2 柴茵舒胆颗粒中绿原酸含量%

批号	测得值			$\bar{x}$
970201	0.0187	0.0182	0.0186	0.0185
970206	0.0175	0.0171	0.0172	0.0173
970207	0.0179	0.0177	0.0178	0.0178

### 3 讨论

**3.1** 关于样品的处理, 曾选用甲醇超声处理和 95% 乙醇超声处理, 但由于样品中水溶性杂质和糖溶出较多, 对薄层层析干扰较大。后采用无水乙醇超声处理, 40min 时绿原酸已提取完全, 所得供试品溶液颜色较浅, 在聚酰胺薄膜上以 36% 醋酸展开, 即能很好地分离。

**3.2** 在硅胶 G 薄层板上, 曾以氯仿-醋酸乙酯-甲酸 (4 : 1 : 1)<sup>[3]</sup>, 二甲苯-醋酸乙酯-70% 乙醇-甲酸 (3.5 : 3.5 : 1 : 0.6)<sup>[2]</sup> 等溶剂系统展开, 供试品中绿原酸未能很好地分离, 故采用本文方法。

#### 参考文献:

- [1] 柯铭清. 中草药有效成分理化与药理特性 [M]. 第 2 版. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1982. 226
- [2] 高 芳, 梁纪兰, 耿铁海, 等. 薄层扫描法测定舒肝消积丸中绿原酸的含量 [J]. 药物分析杂志, 1995; 15(增刊): 151
- [3] 黄新生, 王菊美, 王华, 等. 黄疸茵陈冲剂的质量标准探讨 [J]. 中成药研究, 1984; (6): 7

(收稿日期: 1998-12-15)