

白蔻调中丸质量标准研究

王建国, 万慧杰*, 朱贺年

(包头中药有限责任公司, 内蒙古 包头 014040)

[摘要] 目的: 建立白蔻调中丸的质量标准。方法: 采用 TLC 法对方中山楂进行定性鉴别, 用 HPLC 法测定甘草酸的含量。色谱柱: KromasiL-C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相 甲醇-0.2 mol·L⁻¹醋酸胺溶液-冰醋酸(58:41:1), 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长: 250 nm, 柱温: 30℃。结果: 薄层斑点清晰, 专属性强。甘草酸与其他成分分离完全, 峰形良好。在 0.041 4~2.068 0 μg 范围内线性关系良好($r=0.999\ 7$)。平均加样回收率为 100.90%, RSD 为 1.14% ($n=9$)。结论: 所建立的方法简便、准确、重复性好, 可作为该制剂的质量控制方法。

[关键词] 高效液相色谱法; 薄层色谱法; 白蔻调中丸; 甘草酸; 质量标准

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)03-0040-02

白蔻调中丸由豆蔻、草豆蔻、党参等 14 味中药组成, 具有调理脾胃, 促进消化等功效, 用于脾胃不和、气郁不舒、胸胃胀满、呕吐 杂等症。卫生部药品标准中仅仅收录了显微鉴别和理化鉴别项。未收录薄层鉴别和含量测定的方法。本文对白蔻调中丸的质量标准做了进一步研究, 用 TLC 法对山楂等药材进行定性鉴别, 用 HPLC 法对该制剂中主要有效成分甘草酸进行含量测定。结果表明该法简便、准确、重复性好, 可作为该制剂的质量控制方法。

1 仪器与试药

1.1 仪器 HITACHI 高效液相色谱仪: Pump L-2200、UV Detector L-2400、AutosampLer L-2200; Sartorius BP211D 电子天平。

1.2 试药 乙腈、甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其它试剂均为分析纯。甘草酸单铵盐对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110731-200306, 供含量测定用)

2 定性鉴别

2.1 取本品 6 g, 剪碎, 加适量硅藻土, 研匀, 置于 25 mL 容量瓶中, 加乙醚 15 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯 10 mL 使溶解, 水洗 2 次(10 mL × 2), 浓缩至 1 mL 作为供试品溶液。另取山楂对照药材 0.2 g 同法制成对照药材溶液。取

熊果酸对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液, 照薄层色谱法(附录 B)试验, 吸取供试品溶液 10 μL、对照药材溶液、对照品溶液 8 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(20:20:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以硫酸乙醇溶液(1:10), 在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显紫红色斑点, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 有橙黄色荧光斑点。

3 甘草酸的含量测定

3.1 色谱条件与系统适用性条件 KromasiL - C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-0.2 mol·L⁻¹醋酸胺溶液-冰醋酸(58:41:1); 柱温 30℃; 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长为 250 nm。进样量: 20 μL。在此条件下, 理论塔板数按甘草酸单铵盐峰计算应不低于 2 000。

甘草酸对照品、白蔻调中丸样品及阴性对照溶液的色谱图见图 1。

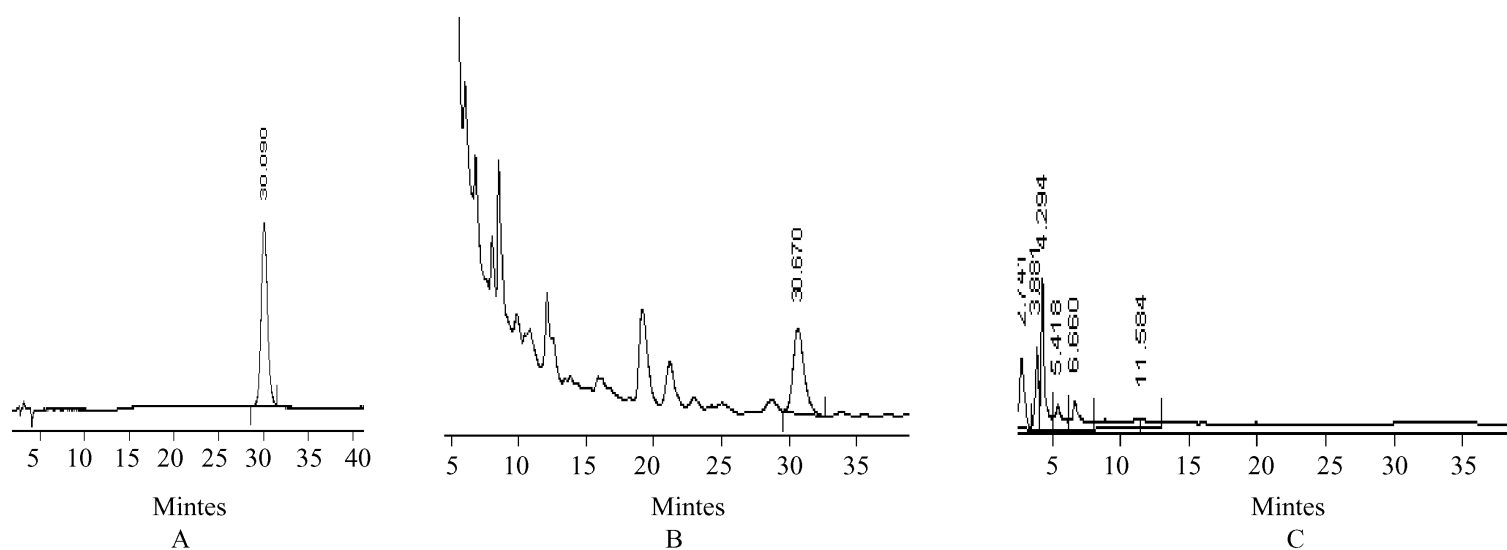
3.2 对照品溶液的制备 精密称取甘草酸单铵盐对照品适量, 加流动相制成每 1 mL 含 20 μg 的溶液(相当于每 1 mL 含甘草酸 19.59 μg), 即得。

3.3 供试品溶液的制备 取本品适量, 剪碎, 混匀, 取约 3 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入流动相 25 mL, 称定重量, 放置过夜, 超声处理(350 W, 频率 35 kHz) 30 min, 取出, 放冷, 再称定重量, 用流动相补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

3.4 阴性对照溶液的制备 按照处方比例及制备

[收稿日期] 2009-08-28

[通讯作者] * 万慧杰, Tel: (0472) 4616330; E-mail: whj_wjg@sohu.com



A. 甘草酸对照品; B. 白蔻调中样品; C. 缺甘草阴性样品溶液

图 1 甘草酸对照品、白蔻调中样品和阴性样品溶液色谱图

工艺制备不含甘草的阴性样品,按供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。取上述对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液各 20 μL 照上述色谱条件测定,其他成分对甘草酸的测定无干扰。

3.5 线性关系的考察 分别精密吸取 206.8 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的甘草酸单胺盐标准品溶液 0.2, 0.4, 0.5, 1.0, 2.5, 5.0 mL, 置 10 mL 量瓶中,加入流动相稀释至刻度,混匀,和 206.8 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准母液分别进行 HPLC 测定,以标准品峰面积对浓度绘制标准曲线。结果甘草酸单胺盐在 0.041 4 ~2.068 0 μg 范围内线性关系良好。回归方程为: $Y = 60\ 601 X - 9\ 094.2$, $r = 0.999\ 7$ 。

3.6 精密度实验 分别吸取上述一定浓度的标准品溶液,在上述色谱条件下重复进样 6 次。测得峰面积,计算相对标准偏差 RSD 为 1.14%,结果表明精密度良好。

3.7 重复性试验 按样品含量测定项下操作,取同一批样品 5 份在上述色谱条件下进行测定,求得含量的 RSD 为 1.41%,重复性良好。

3.8 稳定性试验 取样品,剪碎,精密称取 3.0 g,按供试品溶液处理方法,室温下放置不同时间后,分别在上述色谱条件下测定。结果表明,24 h 之内峰面积均无明显变化,表明样品溶液稳定性良好。

3.9 加样回收率试验 取已知含量的白蔻调中丸 1.0 g(包头,批号:070423)共 9 份,精密称定,分别精密加入高、中、低浓度的甘草酸单胺盐对照品适量,每一质量浓度 3 份,照含量项下同法处理。在上述色谱条件下测定,计算加样回收率,结果见表 1。

3.10 样品含量测定 吸取样品溶液,在色谱条件下分析测定,计算每丸中甘草酸的含量,见表 2。

表 1 加样回收率 ($n=9$)

试验号	样品中含量(μg)	加入对照品的量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	172.07	85.05	258.21	101.28		
2	171.35	85.05	255.33	98.74		
3	171.26	85.05	256.73	101.66		
4	171.04	170.01	341.01	101.15	100.90	1.14
5	171.49	170.01	342.09	100.35		
6	171.81	170.01	346.58	102.80		
7	171.26	255.15	428.44	101.19		
8	171.15	255.15	427.25	101.16		
9	171.99	255.15	426.72	99.84		

4 讨论

本文对白蔻调中丸中的山楂进行了 TLC 鉴别^[1],实验结果斑点集中,层次清晰,重复性好,空白无干扰,具有可操作性,故可以作为白蔻调中丸中的定性鉴别方法。

表 2 样品含量测定

厂家	甘草酸含量(mg/丸)	
包头中药(060621,070423)	2.30	1.54
东胜亿利(051225,060211)	1.81	1.36
赤峰天奇(051105,060322)	1.68	2.19

对本品提取方法进行考察时^[2]发现,样品过夜处理比不过夜处理甘草酸含量有显著提高,而过夜处理超声 30 min 和超声 45 min 含量变化不大,因此确定样品提取方法为放置过夜后超声处理。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部,北京:化学工业出版社,2005:59,342,567.
- [2] 魏建英,索建政. 高效液相色谱法测定参苓白术丸中甘草酸含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2006,(9):11.