

化岩胶囊的质量标准研究

夏华玲^{*}, 杜志谦

(河南省洛阳正骨研究所, 河南 洛阳 471002)

[摘要] 目的: 建立化岩胶囊的质量标准。方法: 采用TLC法对化岩胶囊的大黄、补骨脂、白芍进行定性鉴别; 用薄层扫描法对大黄中大黄素进行含量测定。结果: 鉴别项下阴性对照无干扰, 专属性强; 大黄素在0.106~1.696 μ g间呈良好的线性关系, $r=0.999$, 平均回收率为99.98%, RSD为2.99%。结论: 所建立的方法简便, 重复性好, 可作为化岩胶囊的质量控制方法。

[关键词] 化岩胶囊; 大黄; 补骨脂; 白芍; 大黄素; 薄层色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2006)05-0015-02

化岩胶囊是由大黄、补骨脂、白芍、续断、皂角刺等10余味中药组成的复方制剂, 具有补肾健脾, 软坚散结, 豁痰破瘀之功效。为了有效控制产品质量, 我们采用薄层色谱法对大黄、补骨脂、白芍进行了定性鉴别, 用薄层扫描法对大黄中大黄素进行了含量测定, 结果报道如下。

1 仪器与试剂

CS-9301 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(美国); TP500 超声波清洗机(天鹏电子新技术有限公司, 北京); H54 AR 电子天平(Mettler, 瑞士); 高效硅胶G板(烟台市化学工业研究所); 大黄素(0756-200110, 供含量测定用)、异补骨脂素(0738-200108)、芍药苷对照品(736-8701)及白芍(905-8903)、大黄对照药材(902-9404, 唐古特大黄)(中国药品生物制品检定所); 补骨脂对照药材及化岩胶囊(河南省洛阳正骨医院制剂科); 所用试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 大黄 取本品内容物1g, 加甲醇20mL, 超声处理20min, 滤过, 滤液蒸干, 加水10mL使溶解, 再加盐酸1mL, 置水浴中加热30min, 立即冷却, 用乙醚分2次提取, 每次20mL, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加甲醇1mL使溶解, 作为供试品溶液。取不含大黄的阴性制剂1g, 同法制成阴性对照溶液。另取大黄对照药材0.5g, 同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品, 加甲醇制成每1mL含0.2mg的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附

录VIB)试验, 吸取以上4种溶液各2 μ L, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的五个橙黄色荧光斑点。在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的橙黄色荧光斑点, 置氨蒸气中熏后, 日光下检视, 斑点变为红色, 阴性无干扰。

2.2 补骨脂 取本品内容物3g, 加醋酸乙酯20mL, 超声处理10min, 滤过, 滤液浓缩至约1mL, 作为供试品溶液。取不含补骨脂的阴性制剂3g, 同法制成阴性对照溶液。另取补骨脂对照药材粉末0.5g, 同法制成对照药材溶液。再取异补骨脂素对照品, 加甲醇制成每1mL含0.2mg的溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录VIB)试验, 吸取以上4种溶液各2 μ L分别点于同一硅胶G薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(8:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以10%氢氧化钾甲醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材和对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点, 阴性无干扰。

2.3 白芍 取本品内容物10g, 加乙醇40mL, 超声处理30min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇1mL使溶解, 再加入适量中性氧化铝水浴上拌匀, 干燥, 装入一预先处理好的中性氧化铝小柱上(共约5g), 用甲醇50mL洗脱, 弃去前2mL洗脱液, 收集续洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇约1mL使溶解, 作为供试品溶液。取不含白芍的阴性制剂10g, 同法制成阴性对照溶液。另取白芍对照药材1g, 同法制成对照药材溶液。

[收稿日期] 2005-06-14

[通讯作者] 夏华玲, Tel: 13523639399; E-mail: xzjsq@163.com

另取芍药苷对照品,加甲醇制成每 1mL 含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VIB) 试验,吸取以上 4 种溶液各 4 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40: 5: 10: 0.2) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸乙醇(1~ 10) 溶液,热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材、对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝紫斑点,阴性无干扰。

3 含量测定

3.1 对照品溶液的制备 取大黄素对照品,加甲醇制成每 1mL 含 0.2mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备 取本品约 1g,研细,精密称定,置索氏提取器中加甲醇适量,回流提取 4h,回收甲醇,残渣加水 10mL 使溶解,再加盐酸 2mL,置水浴中加热 30min,立即冷却,用乙醚分 4 次提取,每次 20mL,合并乙醚液,蒸干,残渣加甲醇溶解,定容至 5mL 作为供试品溶液。取缺大黄的阴性制剂 1g,同法制备阴性对照溶液。

3.3 色谱条件 层析板: 高效硅胶 G 板; 展开剂: 石油醚(30~ 60 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15: 5: 1) 的上层溶液。采用反射法单波长锯齿扫描,光束狭缝: 0.4mm \times 0.4mm,线性参数 SX= 3,扫描波长 435nm。

3.4 阴性对照试验 分别吸取供试品溶液、对照品溶液及阴性对照溶液各 4 μ L,分别按上述条件扫描试验。结果在与对照品色谱相应的位置上,阴性对照无干扰。

3.5 线性关系考察 分别吸取大黄素对照品 0.212mg/mL 的溶液 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 μ L,点于同一高效硅胶 G 薄层板上,以上述条件实验,扫描测定。以点样量(μ g) 为横坐标,峰面积积分为纵坐标。结果表明: 大黄素上样量在 0.106~ 1.696 μ g 之间与峰面积积分值呈良好的线性关系,回归方程: $Y= 2308X + 383.46, r= 0.999$ 。

3.6 稳定性试验 对同一对照品色谱斑点每隔 30min 扫描一次,连续扫描 3h, RSD= 0.60% ($n= 6$)。结果证明 3h 内峰面积值稳定。

3.7 重复性考察 取同一批号的样品,按上述方法测定大黄素的含量,共测定 5 次,平均含量为 0.63mg/g, RSD= 1.42%。

3.8 精密度试验

3.8.1 仪器的精密度试验 对薄层板上同一斑点

连续扫描 10 次,峰面积积分值均值为 1650.4, RSD 为 0.42%。

3.8.2 同板精密度试验 取同一大黄素对照品溶液,分别上样 2 μ L,点于同一高效硅胶 G 薄层板上,共 10 个点,依法测定,峰面积积分值均值为 1631.6, RSD= 1.97%。

3.8.3 异板精密度试验 取同一大黄素对照品溶液,上样 2 μ L,分别点于 5 块薄层板上,依法测定,峰面积积分值均值为 1683.2, RSD= 1.76%。

3.9 回收率试验 采用加样回收法,精密称取已知含量的化岩胶囊 6 份,分别精密加入每 1mL 含 0.1046mg 大黄素对照品的溶液 1.5、2.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL,照供试品溶液制备项下方法操作,依法测定,结果见表 1。

表 1 化岩胶囊中大黄素加样回收试验结果

样品含量 (mg)	加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.5453	0.1569	0.7063	102.6		
0.4807	0.2092	0.6971	103.4		
0.4662	0.2092	0.6779	101.2	99.98	2.99
0.3546	0.3138	0.6570	96.4		
0.2689	0.4184	0.6735	96.7		
0.1921	0.5230	0.7099	99.0		

3.10 样品含量测定 精密吸取供试品溶液 4 μ L 与对照品溶液 2 μ L、6 μ L,交叉点于同一高效硅胶 G 薄层板上,按上述条件试验,测定 5 批样品中大黄素的含量,结果见表 2。

表 2 样品测定结果($n= 2$)

批号	含量(mg/g)	平均含量(mg/g)
20041108	0.630 0.623	0.63
20041215	0.645 0.636	0.64
20050110	0.638 0.650	0.64
20050315	0.655 0.649	0.65
20050327	0.628 0.635	0.63

4 讨论

白芍的鉴别实验中,乙醇提取物直接上柱与经过正丁醇萃取后(正丁醇层)上柱无明显差别,且操作简便,故本文采用乙醇提取物直接上柱法。大黄是方中君药,因此选择大黄素作为定量指标。本实验对回流时间及加入盐酸量进行了考察,选择加入盐酸 1、2、3、4mL,结果发现加入盐酸 2mL 测得的大黄素含量最高,而加入 1mL 时最低,故本实验采用加入盐酸 2mL。乙醚最佳回流时间为 4h。该质量标准方法通过对 5 批产品检测,可操作性强,简便,重复性好,专属性好。