

# 肤痒茶剂质量标准的研究

宗 鸣, 王凯乾, 王建明\*

(黑龙江中医药大学, 黑龙江 哈尔滨 150040)

[摘要] 确定肤痒茶剂质量标准。通过薄层鉴别方法对方中地肤子、苍耳子、红花进行定性鉴别。运用高效液相色谱法对川芎中的阿魏酸进行含量测定。定性鉴别能从样品中检出相应的斑点。含量测定阿魏酸量在 0.0222~0.1110 $\mu$ g 有良好的线性关系, 回收率 101.02%, RSD=1.81%。所建立的方法可靠, 能准确地进行定性、定量检测, 可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 肤痒茶剂; 川芎; 阿魏酸

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)01-0015-03

## Study on Quality Standards for Fuyang Tea

ZONG Ming, WANG Kai-qian, WANG Jian-ming

(Hei Longjiang University of Chinese medicine Harbin 150040, China)

[Abstract] To establish the quality standard for Fuyang tea. *Kochia scoparia* (L.) Schrad. *Xanthium sibiricum* Patr. and *Carthamus tinctorius* L. were identified by TLC. Ferulic Acid was determined by an HPLC method: A good linear relationship between peak area and concentration of ferulic acid was found at the range of 0.0222~0.1110 $\mu$ g with a correlation coefficient of  $A=0.9993$ . The average recovery of ferulic acid was 101.02% and RSD was 1.81% ( $n=5$ ). The method is reliable, accurate and specific. It can be used for the quality control of Fuyang tea.

[Key words] Fuyang tea; ChuanXiong; Ferulic Acid

肤痒茶剂是以苍耳子、地肤子、红花、川芎和白英五味中药制成。主要用于祛风活血, 除湿止痛; 用于皮肤搔痒症, 湿疹, 荨麻疹等搔痒性皮肤病。本文采用薄层层析法对肤痒茶剂进行了定性鉴别, 并应用高效液相色谱法测定其有效成分之一的阿魏酸含量。结果准确, 方法简便, 可作为该制剂质量控制指标。

### 1 仪器和试剂

Waters 600-2487 型高效液相色谱仪; Millennium<sup>32</sup> 色谱工作站数据处理系统。阿魏酸对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号: 773-9910, 供含量测定用。肤痒茶剂为黑龙江中医药大学中医药研究院自制(批号为: 20030914 20030916 20030918), 甲醇为色

谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯。

### 2 定性鉴别

2.1 地肤子 TLC 鉴别 取本品, 称取约 9g, 加乙醇 20mL, 盐酸 1.5mL, 加热回流 2h 滤过, 滤液浓缩至 5mL, 加水 10mL, 混匀, 置分液漏斗中加石油醚(60~90 $^{\circ}$ C) 20mL 振摇提取, 分取醚液, 蒸干, 残渣加乙醇 2mL 溶解, 作为供试品溶液。另取地肤子对照药材 2g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2000 版一部附录 VIB) 试验, 吸取上述溶液各 4 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 氯仿-甲醇(40:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以磷钼酸试液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 分别显相同颜色的斑点。

2.2 苍耳子 TLC 鉴别<sup>[1]</sup> 取本品 10 袋内容物, 混匀, 称取约 25g, 加石油醚(60~90 $^{\circ}$ C) 30mL, 超声 5min, 滤去石油醚, 残渣加甲醇 30mL 超声 30min, 蒸干后用甲醇 1mL 溶解, 作为供试品溶液。另取苍耳

[收稿日期] 2004-12-01

[通讯作者] 王建明, Tel: (0451) 82196262; E-mail: wangjianming

@hljucm.net

子对照药材 5g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2000 版一部附录 VIB) 试验, 吸取上述两种溶液各 4 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水-甲酸(3: 10: 2: 2: 2) 下层液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 碘蒸气显色至斑点清晰。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。

**2.3 红花 TLC 鉴别<sup>[2]</sup>** 取本品约 5g, 加水 50mL, 水浴提取 2h, 放冷, 滤过, 用醋酸乙酯萃取 2 次, 第一次 20mL, 第二次 15mL, 合并提取液并浓缩至 1mL, 作为供试品溶液。另取红花对照药材 2g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2000 年版一部附录 VIB) 试验, 吸取上述三种溶液各 4 $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-醋酸乙酯(5: 3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 氨熏, 置紫外光灯(365nm) 检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同蓝颜色的斑点。

### 3 肤痒茶剂中阿魏酸的含量测定

**3.1 色谱条件** 色谱柱: Kromasil C<sub>18</sub> 柱(4.6mm  $\times$  150mm, 5 $\mu$ ), 填充剂为十八烷基硅烷键合硅胶。流动相: 甲醇-1% 醋酸水(32: 68); 流速: 1.0mL/min; 检测波长: 320nm。对照品、样品及阴性液色谱图见图 1。

**3.2 线性范围及标准曲线制备** 精密称定阿魏酸对照品 1.11mg, 加甲醇制成每 1mL 含阿魏酸 0.0111mg 的对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液 2.4.6.8.10 $\mu$ L, 按上述色谱条件进行测定, 分别注入液相色谱仪, 得回归方程为:  $Y = 5.54 \times 10^6 X - 3.86 \times 10^3$  ( $r = 0.9993$ ), 结果表明阿魏酸在 0.0222 ~ 0.1110 $\mu$ g 之间均有良好的线性关系。

**3.3 供试品溶液的制备<sup>[3]</sup>** 取本品约 1.5g, 精密称

定, 置 100mL 烧杯中, 精密加蒸馏水 70mL, 用 5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液, 调 pH 值 10, 连容器称重, 煮沸 5min 后, 冷却, 添加失去的水, 离心 10min(6000r/min), 倾出全部上清液至原烧杯中, 用 1mol/L HCl 调 pH 值为 3, 浓缩至 30mL, 全部移入 100mL 分液漏斗中, 用水饱和醋酸乙酯萃取 6 次, 每次 35mL。挥干溶剂, 残渣用 10mL 甲醇分 4 次溶解, 滤过于 10mL 容量瓶中定容, 即得。

**3.4 精密度试验** 分别精密吸取同一批对照品溶液 6 $\mu$ L, 连续进样 5 次, 按含量测定项下色谱条件测定, 阿魏酸对照品 5 次峰面积积分值相对标准偏差为 1.5%, 说明精密度较高, 测定可靠。

**3.5 稳定性试验** 精密称取供试品 1.5733g, 按供试品制备方法制备供试品溶液。分别在 0.2.6.10.24h 时, 精密进样 10 $\mu$ L, 按设定时间连续进样 5 次, 样品测定数据在 24h 之内是稳定的,  $S = 4040.89$ , 相对标准偏差为 1.2% ( $n = 5$ ), 因此样品中所测成分在 24h 内是稳定的。

**3.6 重复性试验** 称取同一批号(批号: 20030914) 肤痒茶剂各 5 份, 精密称定重量, 按含量测定项下制备供试品溶液和测定, 试验结果表明, 本方法重复性较好, RSD 为 1.86%。

**3.7 回收率试验** 取本品(批号: 20030914), 研匀, 称取 5 份, 每份约 0.75g, 精密称定, 分别加入阿魏酸 0.1547mg(浓度为 0.0111mg/mL 的阿魏酸对照品溶液 13.94mL)。分别按含量测定项下制备供试品溶液及测定, 结果见表 1。

五份样品的阿魏酸平均回收率为 101.02%, RSD 为 1.81%, 表明回收率较高, 方法可靠。

**3.8 供试品测定** 取本品 3 批, 按供试品含量测定项下操作, 结果见表 2。

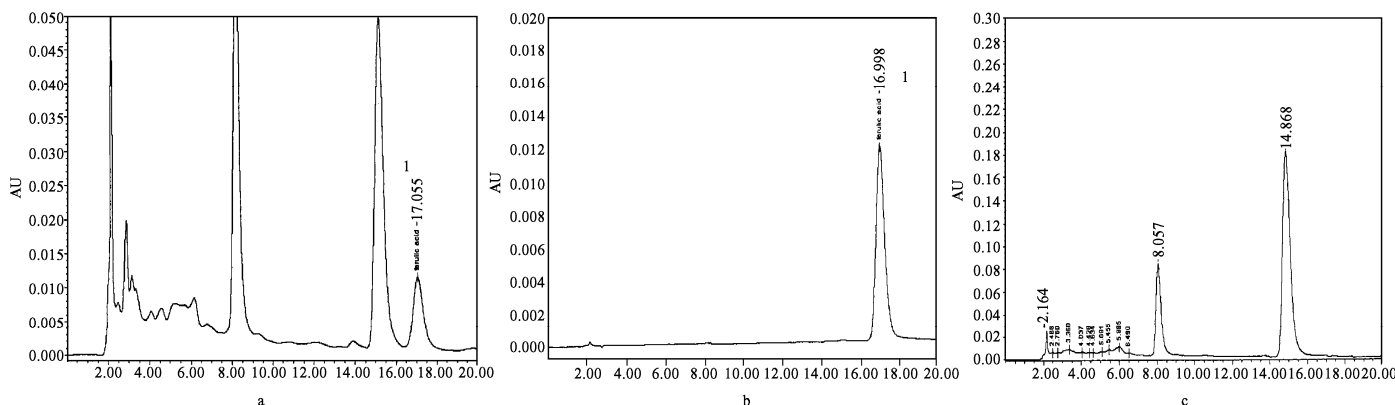


图 1 肤痒剂 HPLC 色谱图

a: 肤痒茶剂  $t_r = 17.055$ min; b: 阿魏酸对照品  $t_r = 16.998$ min; c: 阴性液; 1: 阿魏酸色谱峰

表 1 样品中阿魏酸回收率测定数据表

序号	供试品取样量(g)	含阿魏酸量(mg)	加入对照品量(mg)	测得阿魏酸总量(mg)	回收率(%)
1	0.7467	0.1536	0.1547	0.31454	104.03
2	0.7608	0.1565	0.1547	0.31076	99.72
3	0.7715	0.1587	0.1547	0.31421	100.52
4	0.7657	0.1575	0.1547	0.31147	99.53
5	0.7453	0.1533	0.1547	0.31002	101.31

表 2 供试品含量测定数据表

批号	样号	供试品取样量(g)	阿魏酸含量(mg/g)
20030914	1.1	1.5423	0.20061
	1.2	1.5541	0.20095
20030916	2.1	1.5468	0.20164
	2.2	1.5437	0.20126
20030918	3.1	1.5856	0.19709
	3.2	1.5643	0.19894

将上述数据进行统计学计算表明, 3 批样中含阿魏酸的平均值为 0.200082mg/g。

#### 4 讨论

原方收载于《卫生部药品标准》<sup>[4]</sup> 中药成方制剂第十一册。原有冲剂, 制备过程中加入了辅料, 我们将肤痒冲剂制成肤痒茶剂, 剂型改革的目的是减少

原有冲剂辅料的服用, 缩小服用体积, 且茶剂服用较为方便, 可以一次多服, 也可分次少服。肤痒茶剂的研制符合中医传统的服药方式, 有效地发挥临床作用。

阿魏酸的含量测定 川芎为肤痒茶剂的君药, 阿魏酸是其主要化学成分之一, 本实验用高效液相色谱法对阿魏酸进行定量分析, 结果表明, 该处理方法杂质含量少, 分离效果好, 通过线性化范围试验、加样回收率测定、稳定性考察等, 证明本法结果稳定, 切实可行。阿魏酸为酸性化合物, 流动相中加入适量醋酸较为合适, 增加阿魏酸的稳定性, 提高了分析结果的准确性。

#### [参考文献]

- [1] 马双成, 倪龙, 王宝. 通窍鼻炎胶囊质量标准的研究[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(8): 477-480.
- [2] 吴子超, 罗干明, 霍永昌. 红花的薄层色谱鉴别[J]. 中药材, 1998, 21(9): 441-444.
- [3] 金芳, 张蕾. 高效液相色谱法测定龙克栓胶囊中阿魏酸含量[J]. 中国医院药学杂志, 1996, 16(10): 456-458.
- [4] 国家药典委员会. 卫生部药品标准[S]. 中华人民共和国卫生部 WS<sub>3</sub>-B. 1160-92.