清肠合剂的质量标准研究

杨　云, 张　村, 李俊娟, 史天军　(河南中医学院, 河南 郑州　450008)

摘要: 目的: 控制清肠合剂的质量。方法: 采用薄层色谱法对方中的枳壳、大黄进行鉴别, 并以薄层扫描法对主药中的大黄素进行定量。结果: 鉴别项下的阴性对照无干扰, 方法专属性强; 含量测定中, 大黄素在 0.228μg~ 1.140μg 范围内线性关系良好(r= 0.9993), 回收率为 100.9%, *RSD* 为 2.96%。结论: 本质量标准可有效控制清肠合剂的质量。

关键词: 清肠合剂; 大黄素; 薄层扫描法; 质量标准

中图分类号: R284.1　　**文献标识码**: B　　**文章编号**: 1005-9903(2002)04-0009-02

Studies on Quality Standard of QINGCHANG Mixture

YANG Yun, ZHANG Cun, LI Jun-juan, SHI Tian-jun

(*Henan college of TCM, Zhengzhou*, 450008, *China*)

Abstract: The presence of *Citrus aurantium L*. (Ⅰ) and *Rheum officinale Baiff*. (Ⅱ) were identified by TLC for quality standard of QINGCHANG Mixture. The content of emodin, derived from Ⅱ, was assayed by TLCS. Results showed the negative comparison displayed no disturbance. The founded method showed linearity within the range of 0.228μg to 1.140μg. The average recovery rate was 100.9%, and *RSD* was 2.96%. The results indicate the method may be used for the quality control of the QINGCHANG Mixture.

Key words: QINGCHANG Mixture; emodin; TLCS; quality standard

清肠合剂是由大黄、枳壳、败酱草等四味药组成的复方制剂, 为河南中医学院儿科临床经验方, 用于小儿细菌性痢疾、大肠杆菌性肠炎, 经多年应用疗效确切。为提高产品质量, 保证临床用药的安全有效, 我们对清肠合剂的质量标准进行了研究。

1　仪器材料

岛津 CS-9301 双波长薄层扫描仪; 大黄素(批号 0756-20009, 含量测定用)、柚皮苷(批号 0722-20005) 对照品(中国药品生物制品检定所), 定量毛细管(美国 Drummond 公司), 薄层层析用硅胶(青岛海洋化工集团), 清肠合剂(本室自制), 其它试剂均为分析纯; 大黄、枳壳、败酱草均购自河南中医学院一附院药房, 经鉴定大黄、枳壳符合中国药典 2000 年版质量规定, 败酱草符合中国药典 1977 年版质量规定。

2　实验方法与结果

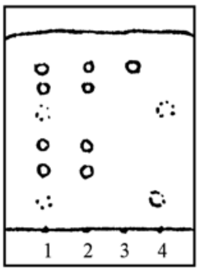
2.1　薄层鉴别

2.1.1　大黄供试品溶液的制备　同大黄素的含量测定。

2.1.2　对照品溶液的制备　同大黄素的含量测定。

2.1.3　阴性对照液的制备　取除大黄外的其他药材, 按制备工艺方法制备缺大黄样品液, 然后按供试品溶液的方法操作, 残渣以甲醇 2ml 溶解, 作为大黄阴性对照液。

2.1.4　薄层层析及结果: 精密吸取上述三种溶液各 2μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-甲酸乙酯-甲酸-甲醇(6∶2∶1∶0.4) 的上层溶液为展开剂, 展距 5cm, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上显相同的橙黄色荧光斑点, 阴性对照无此斑点。见图 1。



1. 供试品溶液
2. 大黄对照药材
3. 大黄素对照品
4. 阴性对照溶液

图 1　大黄薄层色谱图

2.2　枳壳薄层鉴别[1]

2.2.1　供试品溶液的制备　取本品 10ml, 醇沉后(含醇量 60%) 将上清液蒸干, 残渣用 1ml 甲醇溶解, 作为供试品溶液。

2.2.2　对照品溶液的制备　取柚皮苷对照品, 以甲醇溶解制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.2.3　阴性对照液的制备　取除枳壳外的其他药材, 按制备工艺方法制备缺枳壳样品液, 然后按供试品溶液的方法操作, 残渣以甲醇 1ml 溶解, 作为枳壳阴性对照

收稿日期: 2001-11-12

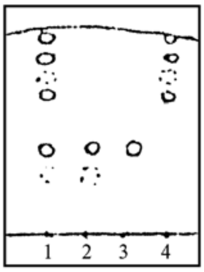
液。

2.2.4　薄层层析及结果　精密吸取上述三种溶液各 2μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿一甲醇-水-冰醋酸(13∶4∶1∶1.5) 为展开剂, 展距 6cm, 取出, 晾干, 喷以 1% 三氯化铝甲醇液显色, 置紫外灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上显相同的黄绿色荧光斑点, 阴性对照无此斑点。见图 2。

2.3　大黄素的含量测定[2]

2.3.1　供试品溶液的制备　精密吸取本品 10ml, 用乙醚萃取 4 次, 每次 10ml, 分取乙醚层, 合并后水浴挥尽乙醚, 残渣用甲醇溶解并移入 2ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.3.2　对照品溶液的制备　取大黄素对照品加甲醇溶解, 制成每 1ml 含 0.228mg 的溶液, 作为对照品溶液。



1. 供试品溶液
2. 枳壳对照药材
3. 柚皮苷对照品
4. 阴性对照溶液

图 2　枳壳薄层色谱图

2.3.3　薄层条件及扫描参数: 薄层条件同大黄薄层鉴别。双波长反射法锯齿形扫描, 测定波长 λ_S = 450nm, 参比波长 λ_R = 700nm, 线性化参数 Sx = 3, 狭缝 1.25mm × 1.25mm, 灵敏度中等。

2.3.4　线性关系的考察: 精密吸取大黄素对照品 1μl、2μl、3μl、4μl、5μl, 分别点于同一块薄层板上, 按上述条件展开, 晾干, 扫描测定, 以点样量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 并对测定数据进行线性回归。回归方程: Y= 5929.8X + 609.72, γ= 0.9993。结果表明大黄素在 0.228μg~ 1.140μg 范围内峰面积与点样量呈良好的线性关系。

2.3.5　稳定性试验: 取同一供试品溶液点样, 依法操作, 每隔半小时测一次峰面积, 结果大黄素在 2h 内基本稳定, *RSD* = 1.2%。

2.3.6　精密度实验: 取同一供试品溶液点于同一块薄层板上, 点样 6 个, 每个点 5μl, 依法操作, 测定峰面积积分值, 结果精密度良好, *RSD* = 1.7%。

2.3.7　重复性实验: 取同一批号的样品 5 份, 按前述方法制备供试品溶液, 并依法测定, 结果大黄素薄层定量重复性较好, *RSD* = 2.69%。

2.3.8　样品含量测定: 精密吸取供试品溶液 4μl, 对照品溶液 1μl、3μl, 分别交叉点于同一块薄层板上, 依法展开和测定, 共测定三批, 结果见表 1。

2.3.9　回收率实验: 精密量取已知含量的样品溶液, 定量加入对照品溶液, 按前述方法制备供试品溶液, 并依法展开和测定, 结果平均回收率为 100.9%, *RSD* = 2.96%, 见表 2。

表 1　大黄素的含量(mg/ml)

批号	大黄素含量(*n* = 3)	*RSD*(%)
000325	0.0248	2.88
000409	0.0238	2.67
000712	0.0236	2.51

表 2　回收率试验

编号	加入量(mg)	测定量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	*RSD*(%)
1	0.228	0.229	100.4		
2	0.228	0.227	99.6		
3	0.228	0.222	97.4	100.9	2.96
4	0.456	0.463	101.5		
5	0.456	0.481	105.5		

3　讨论

3.1　在枳壳定性鉴别中, 曾以乙酸乙酯-甲醇-冰醋酸(15∶2∶1) 为展开剂, 喷以 1% $AlCl_3$ 甲醇液显色, 在 UV254nm 下检视, 发现供试品、柚皮苷对照品及阴性样品在同一位置均出现黄绿色斑点, 后改用氯仿-甲醇-水-冰醋酸(13∶4∶1∶1.5) 为展开剂, 以相同方法显色和检视, 结果该法专属性强, 阴性无干扰。

3.2　大黄的薄层层析与温度关系密切, 展开系统苯-甲酸乙酯-甲酸-甲醇(6∶2∶1∶0.4) 室温下放置与冰箱中(10 ℃以下) 放置所分取的上层溶液进行比较, 结果表明后者斑点更清晰, 无拖尾现象。

参考文献:

[1]　王跃生, 李计萍. 骨碎补中柚皮苷的薄层定性定量方法研究[J]. 中国中药杂志, 1998, 23(11): 685.

[2]　李建业. 中成药薄层色谱分析[M]. 天津科学技术出版社, 1992. 370.