

用薄层法鉴别与测定千金救心胶囊中柚皮苷的含量

何夏秋, 贺建华, 马燕琼, 刘建勋

(中国中医研究院西苑医院基础室, 北京 100091)

摘要:目的: 建立了骨碎补的薄层鉴别方法。测定了千金救心胶囊中柚皮苷的含量。方法: 采用了薄层扫描法测定。结果: 柚皮苷点样量在 1.18~ 7.08 μ g 之间呈线性, $r = 0.9993$, 平均回收率为 97.51%, RSD 为 1.59% ($n = 5$)。结论: 该法灵敏, 简便, 准确, 重现性好。

关键词: 千金救心胶囊; 柚皮苷; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)04-0010-03

Using TLC and TLC Scanning Method for Identify Rhizoma Drynariae and Determination of Naringin in QianJin JiuXin Capsule

HE Xia-qiu, HE Jian-hua, MA Yan-qiong, LIU Jian-xun

(Dept. of Basic Medicine Research, Xiyuan Hospital, Academy of TCM, Beijing 100091, China)

Abstract: Objective: Rhizoma Drynariae in QianJin JiuXin capsule were identified by TLC. The establishment of a quantitative determination method is reported by TLC for Naringin in QianJin JiuXin capsule. Methods: TLC scanning method was selected. Results: The linearity was obtained over the range of 1.18~ 7.08 μ g, $r = 0.9993$, The average recovery is 97.15%, $RSD = 1.59%$ ($n = 5$). Conclusion: The results is sensitive, simple accurate and with a good reproducibility.

Key words: QianJinJiuXin Capsule; Naringin; TLC Scanning

千金救心胶囊是以骨碎补为君药, 延胡索等四味药为臣, 佐药, 经过加工精制而成的胶囊剂。具有活血止痛, 补肾强心等功用。主治冠心病、心绞痛及心血瘀阻引起的心悸失眠, 肾虚腰痛等证。本方中骨碎补, 经过有关专家鉴定为水龙骨科植物槲蕨 *Drynaria fortunei* (Kunze) J. Sm. 的干燥根茎, 所含的主要活性成分为柚皮苷^[1]。本文报道以薄层色谱法鉴别骨碎补, 又以薄层扫描法测定了柚皮苷的含量, 为该制剂以及含有骨碎补药材的复方, 提供了切实可行的质量控制方法。结果如下。

1 仪器与试剂

CS-9301 型高速薄层扫描仪及 SPU-1 型自动喷

雾器(日本岛津); 定量毛细管(美国); 手工涂布器(陕西岐山)。薄层硅胶 G(青岛海洋化工厂); 柚皮苷对照品(批号 709-8909, 纯度为 99.08%, 中国药品与生物制品检定所提供); 千金救心胶囊(本室制备, 批号: 980326, 980401, 980411)。所用试剂均为分析纯, 由北京精细化工厂提供。

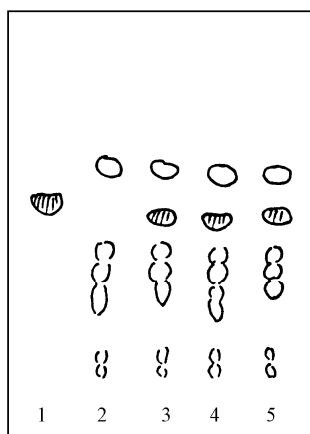
2 骨碎补的薄层鉴别^[2]

取本品内容物 1.5g, 加水 30ml 加热使溶解, 加入乙醚振摇提取 3 次, 每次 20ml, 母液挥尽乙醚后, 用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并, 蒸干, 残渣加入 2ml 甲醇使溶解, 作为供试品溶液。另取柚皮苷对照品, 加入甲醇配制成每 1ml 含 0.6mg 的溶液, 作为对照品溶液。再按处方配比, 依法制备成不含骨碎补的空白对照品溶液; 照薄层色谱法(中

国药典 2000 年版一部附录 VIB) 试验, 分别吸取上述三种溶液各 6 μ l 于同一块 0.3% 的羧甲基纤维素钠的硅胶 G 板上, 以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(15: 40: 22: 10) 10 $^{\circ}$ C 以下分层的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干。喷以 2% 的三氯化铝乙醇试液, 置紫外灯(365nm) 下观察。供试品色谱中, 在与对照品相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。见图 1。

3 柚皮苷的含量测定

3.1 薄层色谱条件 自制 0.3% 的羧甲基纤维素钠的硅胶 G 板, 厚度 0.5mm, 110 $^{\circ}$ C 活化 1h; 氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(15: 40: 22: 10) 10 $^{\circ}$ C 以下分层的下层溶液为展开剂, 2% 的三氯化铝乙醇试液为显色剂; 扫描条件: 狭缝宽度 Slit= 0.4 \times 0.4mm, 线性化参数 Sx = 3; 用以上条件分别对对照品、供试品及空白样品的斑点进行了扫描, 见扫描图 2~ 4。由色谱图得知, 柚皮苷的测定波长为 $\lambda = 295\text{nm}$, $\lambda = 400\text{nm}$, 空白不干扰样品的测定。



1 柚皮苷对照品溶液
2 阴性对照品溶液
3~5 三批供试品溶液

图 1 骨碎补的 TLC

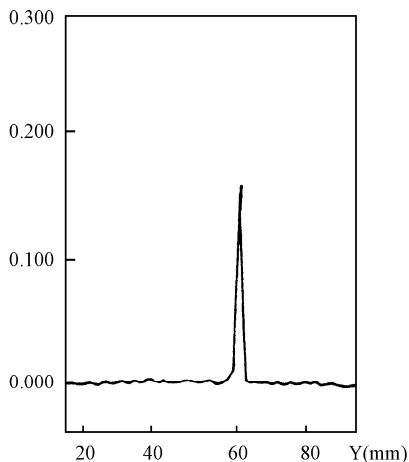


图 2 柚皮苷对照品的色谱图

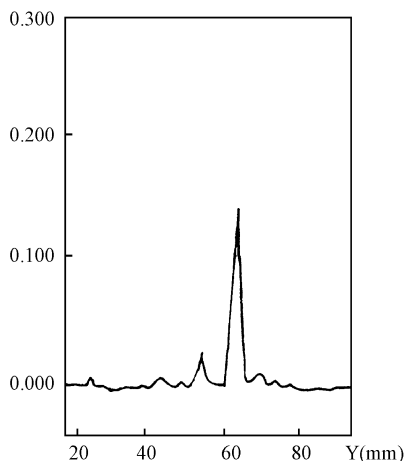


图 3 样品的色谱图

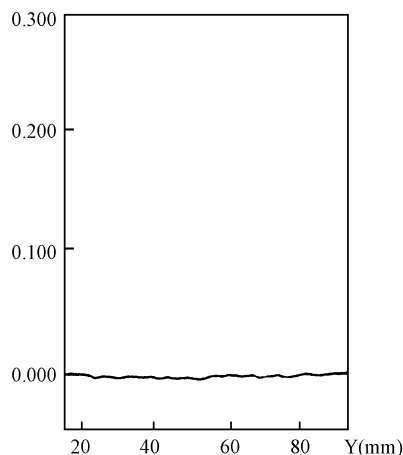


图 4 阴性对照品的色谱图

3.2 稳定性试验 精密吸取供试品溶液(浓度为 242mg/ml) 6 μ l, 以 3.1 项下的条件展开, 取出, 晾干, 显色, 每间隔 20min 扫描一次各点的峰面积积分值, 共扫描 90min, 其峰面积平均积分为 52500, $RSD\% = 1.68$ 。结果表明, 显色后 90min 内峰面积值变化不大, 故扫描测定时间可控制在 90min 内。

3.3 同板与异板的精密度考察 精密吸取对照品溶液(浓度为 242mg/ml) 6 μ l, 在同一块点 5 个相同量的斑点, 以 3.1 项下的条件依法操作, 扫描得到同一薄层板的平均面积值为 51100, $RSD\% = 2.1$ 。又精密吸取上述浓度的溶液, 分别点于五块不同的薄层板上, 点 5 个相同量的斑点, 依法展开, 显色, 扫描, 测定峰面积积分值, 并计算出柚皮苷的含量。结果表明, 五块不同板之间柚皮苷的平均含量 4.41mg/g, $RSD\% = 4.58$ 。说明同板与异板的精密度均良好。

3.4 重现性考察 取同一批号样品(980326) 内容物各 1.2g, 精密称定, 共五份。按照 2 鉴别项下的条件依法制备样品, 残渣置 5ml 的量瓶中, 加入甲醇稀释至刻度, 作为供试品溶液, 其浓度分别为 216.6, 227.0, 224.3, 240.1, 238.8mg/ml。用定量毛细管精密

吸取供试品溶液 6 μ l、对照品溶液 4.8 μ l 交叉点于同一块 0.3% 羧甲基纤维素钠硅胶 G 板上, 依法扫描, 计算含量。结果每 1g 胶囊中含柚皮苷含量分别为 4.94, 4.92, 4.75, 4.44, 4.61mg/g, 平均含量为 4.73mg/g, $RSD\% = 4.47$ 。说明了样品的提取、测定重现性好。

3.5 标准曲线的制备 精密称取柚皮苷对照品, 加入甲醇制成每 1ml 含 0.6mg 的溶液, 作为对照品溶液。分别用微量毛细管精密吸取上述溶液各 2.4、6、8、10、12 μ l 点于同一块 0.3% 羧甲基纤维素钠硅胶 G 板上, 依法展开, 取出, 晾干, 显色, 扫描各斑点的面积积分值。并以峰面积值为纵坐标, 点样量(μ g) 为横坐标, 制作标准曲线, 其标准回归方程为 $Y = -632.8 + 14106X$, $r = 0.9993$ 。得到一条不通过原点的直线, 线性范围在 1.18~7.08 μ g 之间。

3.6 柚皮苷的含量测定^[1,2] 取胶囊内容物各 1.2g, 精密称定, 一式三份。分别按鉴别项下依法操作, 并测定峰面积积分值, 计算含量, 结果见表 1。

表 1 三批胶囊样品中柚皮苷的含量测定($\bar{x} \pm s$, $n = 3 \sim 5$)

样品批号	柚皮苷(mg/g)		平均含量(mg/g)		$RSD\%$
980326	4.94	4.92	4.75	4.73 \pm 0.21	4.47
	4.44	4.61			
980401	4.73	4.39	4.58	4.57 \pm 0.17	3.73
980411	4.59	4.72	4.70	4.67 \pm 0.07	1.50

3.7 回收率测定 采用加样回收法。取已测知含量的样品(0.47%) 内容物 0.6g, 精密称定, 分别加入柚皮苷对照品溶液(浓度为 0.76mg/ml) 各 3.7ml, 平行操作五份。按含量测定项下依法测定峰面积积分值, 并计算含量。用测得的总量减去已知样品的含量之差, 除以加入对照品的量, 即为回收率, 结果见表 2。

表 2 回收率测定结果

样品编号	称样量(g)	已知样品含量(mg)	加入对照品量(mg)	测得总量(mg)	回收率(%)
1	0.6210	2.92	2.81	5.63	96.44
2	0.5982	2.81	2.81	5.50	95.73
3	0.5744	2.70	2.81	5.48	98.93
4	0.6113	2.87	2.81	5.66	99.29
5	0.5928	2.79	2.81	5.52	97.15
平均回收率% $\pm s$				97.51 \pm 1.6	
$RSD\%$				1.59	

4 小结与讨论

4.1 本文选用的展开剂未见报道, 经过该展开剂展开的色谱斑点清晰, 无干扰, 使含量测定结果准确, 重现性好。

4.2 为了对成品制剂的内在质量进行评价, 故测定了三批药材中柚皮苷的含量, 为 0.67%, 0.64%, 0.62%, 平均含量为 0.64%, $RSD\% = 4.69$ 。按本方用骨碎补药材 100g, 以平均含量 0.64% 计算, 理论测定值每粒应为 0.64mg (0.4g/粒), 实际测量值为 0.47mg, 其提取转移率达 70% 以上。

4.3 因骨碎补药材品种来源复杂, 给用者带来不便。笔者在此提醒读者, 对含有骨碎补药材的制剂, 应严把药材进货的质量关, 选用中国药典收载的, 并能测定到柚皮苷的药材入药为准。

参考文献:

- [1] 周富荣, 张小茜. 3 种骨碎补的品质评价研究[J]. 中国中药杂志, 1994, 19(5): 281~263.
[2] 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 3, 209.