

舒口散的质量标准研究

黄月纯, 黄可儿(广州中医药大学第一附属医院, 广州 510405)

摘要: 采用 TLC 法对本品中夏枯草、黄柏及冰片进行了定性鉴别; 并采用薄层扫描法测定绿原酸的含量, 其平均回收率为 97.45%, RSD 为 2.02%。

关键词: 舒口散; 绿原酸; 薄层扫描法

中图分类号: 284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)06-0009-03

Studies on the Quality Control Standard of *Shukou* Powder

HUANG Yue-chun and HUANG Ke'er

(The first affiliated hospital, Guangzhou University of TCM, Guangzhou, 510405)

Abstract: Spica prunellae, cortex phellodendri and borneolum syntheticum in *shukou* powder were qualitatively identified by thin layer chromatography method. The contents of chlorogenic acid were determined by TLC-scanner method. The average recoveries and the relative standard deviation of this method were 97.45% and 2.02%, respectively.

Key words: *Shukou* powder, chlorogenic acid, TLC-scanner method

舒口散是由忍冬藤、夏枯草、黄柏及冰片等多味中药组成, 具有清热解毒、消肿止痛、止血之功效, 用于治疗牙周炎、口腔溃疡、冠周炎、牙龈炎、咽喉炎、扁桃腺炎等。为控制产品质量, 采用 TLC 法对方中夏枯草、黄柏及冰片进行了定性研究, 并对君药忍冬藤中绿原酸进行定量分析。

1 仪器与试药

CS-9301 PC 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(日本); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 聚酰胺粉(60~80目); 绿原酸、熊果酸、盐酸小檗碱、冰片对照品, 黄柏对照药材(中国药品生物制品检定所); 夏枯草药材购自本院中药房, 经鉴定为中国药典 1995 年版一部收载正品; 舒口散(本院制剂); 阴性样品(按处方工艺制得缺味样品); 所用化学试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 薄层定性鉴别

2.1.1 夏枯草的鉴别^[1] 取本品 2g, 加乙醇 20ml 水浴回流 1h, 滤液蒸干, 用石油醚(30~60℃)浸泡 2 次, 每次 15ml(约 2min), 弃去石油醚液, 残渣加乙醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液; 另取夏枯草对照药材 1g, 缺夏枯草阴性对照适量, 分别同法制成对照药材及阴性对照液; 再取熊果酸对照品, 加甲醇制成每 ml 含 1mg 的对照品溶液。吸取供试品溶液、阴性对照液、对照药材溶液及对照品溶液各 4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-氯仿-醋酸乙酯-冰醋酸(20:5:8:0.5)为展开剂展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 100℃ 加热至斑点显色清晰, 供试品在与对照品及对照药材相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 阴性无干扰, 结果见图 1。

2.1.2 黄柏的鉴别^[1] 取本品 0.2g, 加甲醇 5ml 水浴加热回流 15min, 滤液用甲醇补至 5ml, 作为供试品溶液; 另取黄柏对照药材

0.1g, 缺黄柏阴性对照适量, 分别同法制成对照药材及阴性对照液; 再取盐酸小檗碱对照品, 加甲醇制成每 ml 含 1mg 的对照品溶液。吸取供试品溶液、阴性对照液、对照药材溶液及对照品溶液各 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(6: 3: 1.5: 1.5: 0.5) 为展开剂。在氨蒸气饱和层析缸内展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视, 供试品在与对照品及对照药材相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 阴性无干扰, 结果见图 2。

2.1.3 冰片的鉴别^[2] 取本品 1g, 加乙醚 5ml 放置过夜, 滤液作为供试品溶液; 另取缺冰片阴性对照适量, 同法制成阴性对照液; 再取冰片对照品, 加乙醚制成每 ml 含 1mg 的对照品溶液。吸取供试品溶液、阴性对照液及对照品溶液各 5 μ l, 分别点于同一含 CMC-Na 硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~ 90 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯(85: 15) 为展开剂展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛浓硫酸溶液, 供试品在与对照品相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 阴性无干扰, 结果见图 3。

2, 3, 4, 5 μ l 分别点于同一含 0.8% CMC-Na 硅胶 G 薄层板上, 按样品含量测定项下方法展开, 扫描测定各斑点积分面积。以测得的积分面积为横坐标, 以点样量(μ g) 为纵坐标, 得绿原酸回归方程为: $Y = -0.6806 + 0.0003432X$ $r = 0.9991$, 表明绿原酸在 0.95~ 4.75 μ g 之间。线性关系良好。曲线不通过原点。

2.2.2 精密度试验 在同一薄层板上点 5 个上述对照品溶液各 2 μ l, 各斑点积分面积的平均值为 7746.591, $RSD = 2.86\%$, 表明同板精密度较好; 在不同的薄层板上点上述对照品溶液 2 μ l, 共 5 块板, 各斑点积分面积的平均值为 7726.268, $RSD = 3.26\%$, 表明异板精密度尚好; 对点样量为 2 μ l 的同一对照品斑点重复扫描 5 次, 各次测得积分面积的平均值为 7910.912, $RSD = 0.28\%$, 表明仪器精密度良好。

2.2.3 稳定性试验 在同一薄层板上点上述对照品溶液 2 μ l, 展开后分别在 0, 15, 30, 45, 60min 对同一斑点进行扫描, 结果斑点积分面积的平均值为 7837.565, $RSD = 3.27\%$ ($n = 5$), 积分面积在 1h 内基本稳定。

2.2.4 重现性试验 精密称取同批样品 5 份, 按供试品溶液的制备和测定项下平行试验。测得样品中绿原酸的含量为 0.683mg/g, $RSD = 2.84\%$ 。

2.2.5 阴性干扰试验 分别取缺忍冬藤阴性对照适量, 按供试品溶液制备的方法制成空白对照液, 在同一薄层板上分别点上述对照品溶液、供试品溶液及阴性对照液各 4 μ l, 按样品测定项下的方法展开, 扫描, 结果阴性对照对测定无干扰。

2.2.6 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品适量, 精密加入一定量的绿原酸对照品, 按供试品溶液的制备和测定项下操作, 结果见表 1。

2.2.7 供试品溶液的制备和测定 精密称取本品约 3g, 置 50ml 棕色瓶中, 加乙醇 40ml 超声提取 1h, 过滤, 药渣用乙醇洗涤数

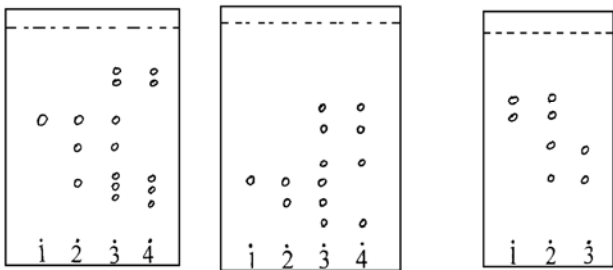


图 1 夏枯草 TLC 图谱
1. 熊果酸
2. 夏枯草
3. 样品
4. 缺夏枯草
阴性对照

图 2 黄柏 TLC 图谱
1. 盐酸小檗碱
2. 黄柏
3. 样品
4. 缺黄柏
阴性对照

图 3 冰片 TLC 图谱
1. 冰片
2. 样品
3. 缺冰片阴性对照

2.2 绿原酸的含量测定

2.2.1 标准曲线的制备 精密称取绿原酸对照品适量, 加甲醇制成每 ml 含 0.95mg 的对照品溶液。用定量毛细管吸取对照品溶液 1,

表1 绿原酸加样回收率测定结果

样品号	样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.943	0.950	1.872	97.79		
2	0.975	0.950	1.916	99.05		
3	0.897	0.950	1.821	97.26	97.45	2.02
4	0.932	0.950	1.872	98.95		
5	0.954	0.950	1.849	94.21		

次,合并滤液蒸干,残渣用水50ml使溶解,调节溶液PH约3.5左右;上聚酰胺柱分别用水200ml、30%甲醇液50ml、含0.02% NaOH的50%甲醇液150ml洗脱;收集50%甲醇洗脱液,水浴蒸干。残渣加甲醇使溶解,定量转移至2ml量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。取标准曲线项下制得的对照品溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典1995年版一部附录VIB)试验,精密吸取供试品溶液4 μ l,对照品溶液2 μ l与4 μ l,分别交叉点于同一含0.8%CMC-Na硅胶G薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲酸(5:4:2)为展开剂,展开,取出,晾干。照薄层色谱法(中国药典1995年版一部附录VIB薄层扫描法)试验,在 $\lambda=324\text{nm}$ 处单波长反射法锯齿扫描测定供试品与对照品积分面积,用外标两点法计算,结果三批样品含量分别为0.631mg/g、0.659mg/g、0.682mg/g, RSD

分别为2.48%、1.87%、2.69%($n=3$)。

3 讨论

3.1 定性鉴别方法简便,专属性强,重现性好。黄柏薄层鉴别显两个特征斑点,表明所用黄柏原料为主流品种关黄柏^[3]。

3.2 经试验乙醇超声提取1h可将绿原酸提取完全。由于本制剂成分复杂,参照文献^[4]报导的聚酰胺柱处理,可排除杂质对绿原酸的干扰。经试验采用本文的展开剂分离度较好。绿原酸溶液在自然光下变化较快,故实验应避光操作,对照品溶液和供试品溶液均应新鲜配制,且薄层板展开后最好在30min内测完。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典委员会编. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 广州: 广东科学技术出版社, 1995. 250, 274.
- [2] 王宝葵主编. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994. 11.
- [3] 中华人民共和国药典委员会编. 中华人民共和国药典中药薄层彩色图集[M]. 广州: 广东科学技术出版社, 1993. 71.
- [4] 林辉, 梁颂名, 程俊辉. 中药银菊舒肤露中绿原酸含量的薄层扫描法测定[J]. 广州中医药大学学报, 1998, 15(2): 133.