

舒通胶囊质量标准的研究

苏强, 倪艳, 刘振权, 李先荣

(山西省中医药研究院中药方剂室, 太原 030012)

摘要:目的: 建立舒通胶囊的质量标准。方法: 采用双波长薄层扫描法对舒通胶囊中主要成分结合大黄素进行定量分析, $\lambda = 440\text{nm}$, $\lambda_k = 550\text{nm}$; 同时对制剂中的主要药味大黄、火麻仁、红花进行薄层鉴别。结果: 平均加样回收率为 100.3%, $RSD = 2.6\%$ 。薄层图谱斑点清晰, 阴性对照无干扰。结论: 方法简便, 重现性好, 可有效控制制剂的质量。

关键词: 舒通胶囊; 质量标准; 结合大黄素; 薄层扫描

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)01-0010-03

The Quality Standard of *Shutong* Capsule

SU Qiang, NI Yan, LIU Zhen-quan, LI Xian-rong

(Shanxi Institute of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan, 030012, China)

Abstract: Objective: To establish the quality standard of *Shutong* capsule. Methods: The content of main component, emodin, was determined by TLC scanning method, $\lambda = 440\text{nm}$, $\lambda_k = 550\text{nm}$. Results and conclusions: The average recovery and RSD were 100.3% and 2.6%, respectively. The method was available for quality control of *Shutong* capsule.

Key words: *Shutong* capsule; Quality standard; Emodin; TLC scanning method

舒通胶囊是多年临床实践探索总结出的临床验方, 由大黄、火麻仁、红花等六味药材组成, 经过一定的提取加工而制得。对于阴虚燥热、气滞血瘀等原因引起的热秘、气秘、及瘀血型便秘具有较好的疗效。大黄为其君药, 现代研究证实, 结合蒽醌类是大黄泻下作用的有效成分, 测定此类成分的含量对该制剂的质量控制具有实际意义。本文以大黄素为指标物, 采用双波长薄层扫描法, 通过同时测定样品中游离大黄素和总大黄素的含量, 再求其差的途径, 建立舒通胶囊中结合蒽醌的含量测定方法。同时对制剂中的大黄、火麻仁和红花进行薄层鉴别, 取得满意结果。现报道如下:

1 仪器与试药

CS-930型薄层扫描仪(日本岛津); 薄层板自动涂布器(重庆贝尔德); 定量毛细管(美国Drummond)。大黄素对照品, 大黄、火麻仁、红花对照药材(中国药品生物制品检定所)。硅胶G、硅胶H(青岛海洋化工厂)。所用试剂均为分析纯。舒通胶囊(本院自制)。

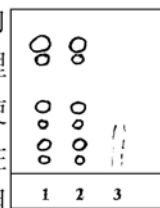
2 薄层色谱鉴别

2.1 大黄薄层色谱鉴别 取含量测定3.1(2)项下

供试品溶液; 另取大黄对照药材0.2g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各2~4 μ l, 点于同一硅胶G薄层板上, 以正己烷-醋酸乙酯-甲酸(30:10:0.5)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, 显相同颜色的荧光斑点。置氨气中熏后, 斑点在日光下呈红色。

2.2 火麻仁薄层色谱鉴别 取本品内容物1.2g, 加醋酸乙酯20ml超声处理25min, 滤过, 蒸干。残渣加甲醇适量使溶解, 加于已处理好的中性氧化铝柱(100~200目, 约2g, 内径1.5cm)上, 用

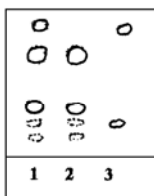
醋酸乙酯约8ml洗脱, 收集洗脱液, 蒸干。残渣加甲醇1ml使溶解, 作为供试品溶液。另取火麻仁药材2g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各10 μ l, 点于同一硅胶G薄层板上, 以环己烷-丙酮(23:3)为展开剂, 展开, 取出, 晾干。喷以10%硫酸乙醇溶液, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。



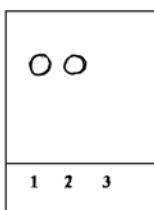
1. 供试品
2. 大黄对照药材
3. 缺大黄阴性对照品

图1 大黄的薄层色谱图

2.3 红花薄层色谱鉴别 取本品内容物 1.5g, 加 50% 乙醇超声处理 20min, 滤过, 挥干。残渣加水 30ml 溶解。用水饱和的正丁醇提取 3 次, 每次 10ml, 正丁醇层蒸干, 残渣加甲醇适量溶解, 加于已处理好的中性氧化铝柱(100~200目, 2g, 内径 1.5cm) 上, 用甲醇适量洗脱至几无色, 收集洗脱液, 挥干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取红花对照药材 1.5g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法试验, 吸取上述供试品溶液、对照药材溶液各 10 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-乙醚(9:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干。喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 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, 显相同颜色的荧光斑点。



1. 供试品
2. 火麻仁对照药材
3. 缺火麻仁阴性对照品
图2 火麻仁的薄层色谱图



1. 供试品
2. 红花对照药材
3. 缺红花阴性对照品
图3 红花的薄层色谱图

3 含量测定

3.1 对照品溶液的制备 精密称取大黄素对照品 0.98mg, 加醋酸乙酯溶解, 定容至 10ml, 摇匀, 作为对照品溶液。

3.2 供试品溶液的制备 (1) 游离大黄素 取本品内容物适量(约 0.2g), 精密称定, 置于滤纸筒中。加甲醇在水浴

上进行索氏提取, 至回流液无色。取下, 倾出提取液, 回收甲醇, 残渣加水 30ml 溶解, 转移至分液漏斗中。加乙醚振摇提取 6 次(20、20、20、15、15、15), 合并乙醚液, 挥干。残渣加醋酸乙酯溶解, 定容至 3ml, 作为供试品溶液(I)。

(2) 总大黄素 取本品内容物适量(约 0.2g), 精密称定, 置滤纸筒中。加甲醇进行索氏提取。至回流液无色, 取下。提取液中加入水 20ml, 盐酸 2ml, 水浴上继续回流 1h。取下, 迅速冷却。倾出提取液, 回收甲醇, 残渣加水 30ml 溶解, 转移至分液漏斗中, 加乙醚振摇提取 6 次(20、20、20、15、15、15), 合并乙醚液, 挥干。残渣加醋酸乙酯溶解, 定容至 5ml, 作为供试品溶液(II)。

3.3 阴性对照品溶液的制备 按处方比例称取除去大黄的其它药材适量, 依照舒通胶囊的制备工艺和供试品溶液的制备方法制备阴性对照品溶液。

3.4 薄层层析和扫描条件 含 0.5% CMC 的硅胶 G 薄层板, 厚度 0.3mm, 105℃活化 0.5h; 展开剂正己烷

-醋酸乙酯-甲酸(30:10:0.5)^[1]。扫描波长 $\lambda = 440\text{nm}$, $\lambda_r = 550\text{nm}$, $SX = 3$, 狭缝 $1.2 \times 1.2\text{mm}$ 。

3.5 干扰试验 吸取供试品溶液、阴性对照溶液及对照品溶液各 2 μ l, 分别点于同一薄层板上, 照上述色谱条件扫描。供试品色谱图中, 在与对照品色谱相应的位置上, 有相同的吸收峰, 阴性对照品无干扰。

3.6 绘制标准曲线 吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 扫描, 得对应斑点的面积积分值。计算, 得回归方程 $y = 65560.91x + 523.80$; 相关系数 $r = 0.9994$ 。即 0.098 μ g-0.490 μ g 之间, 点样量与扫描积分值之间呈良好的直线关系。

3.7 稳定性试验 吸取对照品溶液 2 μ l, 点样, 展开, 晾干。放置 0.5h 后开始扫描。每间隔 0.5h 或 1h 扫描一次, 3h 内共扫描 5 次, 测量值基本稳定, $RSD = 2.3\%$ 。(n=5)

3.8 精密度试验

3.8.1 同板 取对照品溶液 4 μ l, 共 5 份, 分别点于同一薄层板上, 展开后逐个扫描, 得峰面积积分值。计算, $RSD = 0.2\%$ 。(n=5)

3.8.2 异板 取薄层板 5 块, 每板点对照品溶液 2 μ l, 展开后分别扫描, 得峰面积积分值。计算, $RSD = 2.6\%$ 。(n=5)

3.9 重现性试验 取同一批样品适量, 共 5 份, 依法测定, 计算, $RSD = 3.0\%$ 。表明方法重现性良好。(n=5)

3.10 加样回收率试验 取已知含量的样品适量, 精密称定, 再准确加入大黄素对照品适量, 依法制备总大黄素供试液, 扫描测定, 计算。回收率平均值为 100.3%, $RSD = 2.6\%$ 。数据见附表 1。

附表 1 加样回收率试验结果

编号	称样量 (g)	含大黄素量 (mg)	加入量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.10468	0.370	0.470	0.833	98.5		
2	0.10302	0.364	0.520	0.898	102.8		
3	0.09062	0.320	0.300	0.615	98.3	100.3	2.6
4	0.09001	0.318	0.310	0.623	98.5		
5	0.10884	0.385	0.510	0.913	103.6		

3.11 样品含量测定 吸取供试品溶液(I)、(II)各 2 μ l, 对照品溶液 2 μ l、4 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依 3.4 项下所述条件展开, 晾干, 扫描, 根据随行对照品点样量及斑点面积积分值, 以外标二点

法分别计算出样品中游离大黄素和总大黄素的含量;二者之差即为结合大黄素的含量。所测定 3 批样品的结果见附表 2。舒通胶囊粒重 0.5g。

附表 2 样品的含量测定结果

批号	取样量(g)		平均含量(mg/粒)			RSD(%)	
	游离	总	游离	总	结合	游离	总
000122	0.20352	0.19146	1.186	1.470	0.248	0.22	0.59
991208	0.20268	0.19959	1.339	1.767	0.428	1.9	1.4
991210	0.20897	0.20220	1.207	1.442	0.235	0.6	1.3

3.12 大黄药材中大黄素含测数据 取相应的三批大黄药材,同法测定,结果见附表 3。

附表 3 大黄药材的含量测定结果

批号	取样量(g)		含量(mg)			RSD(%)	
	游离	总	游离	总	结合	游离	结合
9907	0.50006	0.47375	0.379	0.771	0.392	4.5	1.1
9912	0.20591	0.19630	1.264	3.442	2.178	0.3	1.8
9913	0.20814	0.20033	1.876	2.327	0.451	2.0	1.3

4 讨论

4.1 有关火麻仁的薄层鉴别方法和对照品的文献资料很少^[2],且不适用于舒通胶囊。本实验采用火麻仁药材作对照,以 10% 硫酸乙醇溶液喷雾使产生荧光。对应斑点清晰稳定,阴性对照无干扰。方法

属首次报道,但未知该斑点属于何种成分。红花薄层鉴别图谱中的对应斑点当为其苷类,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,于紫外光灯下显蓝色荧光,但烘烤后不显现日光下可见斑点。

4.2 有关含大黄制剂中游离蒽醌(如大黄素、大黄酸、大黄酚等)的含量测定研究报道极多,而有关其结合蒽醌的含量测定报道则较少^[3]。笔者认为,侧重其泻下作用的含大黄制剂,建立其中结合蒽醌类成分的含测方法,并确定其含量限度,对于监控制剂的内在质量更具有实践意义。另外经过多次经验,发现硅胶 H 板分离大黄各斑点效果不佳,换用其它^[1]的展开系统也未见改善。而硅胶 G 板能使大黄各斑点清晰分离,而且斑点集中圆整,便于扫描测定。具体原因有待分析探索。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典. 中药薄层色谱彩色图集[S]. 广州: 广东科技出版社, 1993. 22-23.
- [2] 王宝荣. 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. 32-33.
- [3] 苏强, 李培毅, 倪艳, 等. 薄层扫描法测定肠润通胶囊中结合大黄酸的实验研究[J]. 中成药杂志(电子版), 2001, 1, 网址: <http://www.cherb.com.cn>.