

• 药剂 •

正心泰颗粒质量标准研究

陈师农, 马玲, 张毅(安徽省药物研究所, 合肥 230022)

摘要: 采用双波长薄层扫描法测定了正心泰颗粒中葛根的有效成分葛根素含量; 采用薄层层析法对丹参、黄芪、山楂、川芎进行了定性鉴别。

关键词: 正心泰颗粒; 葛根素

中图分类号: 284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)05-0001-03

Studies on Quality Control Standard of Zhengxintai Granule*CHEN Shi-nong, MA Ling and ZHANG Yi**(Anhui Institute of Pharmacy, Hefei, 230022)*

Abstract: The content of puerain in Zhengxintai granule was determined by the method of TLC scanner. Radix Salvia miltiorrhizae, radix astragal, fructus crataegi and rhizoma chuangxiong were identified qualitatively by TLC methods.

Key words: Zhengxintai granule; puerain

正心泰颗粒是由葛根、丹参、黄芪、山楂、川芎等中药制成的颗粒剂, 主要用于治疗冠心病、心绞痛表现为气虚血瘀或兼肾虚证候者。为制订本品的质量标准, 对本品中葛根的主要成分葛根素采用了薄层扫描法测定含量, 对丹参、黄芪、山楂、川芎进行了薄层色谱鉴别, 结果满意。

1 仪器与试剂

双波长薄层扫描仪, 日本岛津 CS-9000 型; 硅胶 G 高效薄层板: 青岛海洋化工厂分厂; 微量进样器: 上海医用激光仪器厂; 葛根素、丹参酮II_A、黄芪甲甙、熊果酸对照品和川芎对照药材: 中国药品生物制品检定所; 正心泰颗粒: 安徽省药物研究所中药室。所有试剂均为分析纯。

2 鉴别试验

2.1 丹参的鉴别 取本品 15g, 研细, 置索氏提取器中, 加乙醚适量, 加热回流提取 20min, 提取液回收乙醚, 残渣加氯仿 2ml 使

溶解, 作为供试品溶液。另取丹参酮II_A 对照品, 加氯仿制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。按薄层色谱法^[1] 试验, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以苯-醋酸乙酯(19: 1) 为展开剂, 展开, 取出、晾干。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。

2.2 黄芪的鉴别 取丹参鉴别项下乙醚提取后的药渣, 待乙醚挥尽后加甲醇 30ml, 置水浴上加热回流 1h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氨试液 30ml 使溶解, 用水饱和的正丁醇提取 2 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 再用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次, 每次 50ml, 弃去氨洗液, 正丁醇液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇 0.5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取黄芪甲甙对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为供试品溶液, 按薄层色谱法^[1] 试验, 吸取上述两种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇-水(65: 35: 10) 的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干,

喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 105℃ 烘约 5min。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; 置紫外光灯(365nm)下检视, 显相同的橙黄色荧光斑点。

2.3 山楂的鉴别 取本品 4g, 研细, 加丁酮 20ml, 振摇 10min, 放置过夜, 滤过, 滤液置水浴上挥去丁酮。残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取熊果酸对照品, 加无水乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。按薄层色谱法^[1]试验, 吸取上述二种溶液各 3~5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(12:4:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 置 110℃ 烘 5~7min。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的紫红色斑点。

2.4 川芎的鉴别 取本品 8g, 研细, 加乙醚 30ml, 置水浴上加热回流 1h, 滤过, 滤液挥干, 残渣加醋酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取川芎对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。按薄层色谱法^[1]试验, 吸取上述二种溶液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-醋酸乙酯(9:1)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。

3 含量测定^[1,2]

3.1 供试品的制备 取本品 1.5g 研细, 精密称定, 置索氏提取器中, 加乙醚适量, 置水浴上回流 1h, 弃去乙醚液, 取出纸筒, 待乙醚挥尽, 将滤纸筒置于索氏提取器中, 加甲醇适量, 回流 3h, 回收甲醇至干, 残渣加 70% 乙醇 10ml 分次溶解, 加于已处理好的中性氧化铝柱上, 用 70% 乙醇 80ml 洗脱, 收集洗脱液, 置水浴上, 蒸干, 残渣用热甲醇分次溶解, 移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

3.2 对照品溶液的制备 精密称取葛根素对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的对照品溶液。

3.3 薄层色谱及扫描条件 采用高效硅胶 G 板, 以氯仿-甲醇-水(7:2.5:0.25)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外灯(365nm)下定位。葛根素斑点经光谱扫描测定, 选择双波长反射式锯齿形扫描, $\lambda = 250\text{nm}$, $\lambda_R = 370\text{nm}$, 狭缝 1.25 \times 1.25mm。

3.4 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液 1、2、3、4、5、6 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述条件测定, 以点样量为横坐标, 以斑点峰面积积分值为纵坐标, 得回归方程:

$$A = 47079.5c - 20554 \quad r = 0.9987$$

3.5 稳定性试验 吸取供试品点于薄层板上, 展开后测定葛根素含量, 每隔 0.5h 测定一次, 结果葛根素含量在 3h 内稳定。 $\bar{x} = 74388$, $RSD = 0.63\%$ ($n = 7$)。

3.6 阴性干扰试验 模拟处方比例与工艺, 制成缺葛根样品, 按供试品制备方法制得阴性对照液。吸取供试品溶液和葛根阴性对照液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 展开, 扫描。结果供试品在与对照品相应位置有吸收峰, 而阴性对照在此位置无吸收峰。

3.7 精密度试验 在同一薄层板上点 5 个相同量的供试品溶液, 展开后测定葛根素斑点的峰面积, 结果 $\bar{x} = 82785.6$, $RSD = 1.31\%$ ($n = 5$)。

3.8 重现性试验 取同一批样品 5 份, 按含量测定方法分别测定, 结果 $\bar{x} = 3.64\text{mg/g}$, $RSD = 3.28\%$ ($n = 5$)。

3.9 回收率试验 精密称取已知含量的样品 5 份, 分别加入一定量的葛根素对照品, 按含量测定法操作, 并计算回收率。结果平均加样回收率为 96.62%, $RSD = 1.2\%$ ($n = 5$)。

3.10 样品测定 对本品 10 批样品, 按上述方法试验, 吸取供试品 3 μ l, 对照溶液 2 μ l 和 5 μ l, 分别交叉点于同一硅胶 G 高效薄层板上。测定结果, 10 批样品中葛根素含量分别是 3.15、2.78、2.56、2.72、3.14、3.62、2.68、2.98、3.70、3.68mg/g。

4 讨论

4.1 葛根有野葛和粉葛两种,本品中葛根仅限于豆科植物野葛 *Pueraria lobata*(Willd o-hwi) 的根。

4.2 10批样品测定中,葛根素的含量为2.56~3.70mg/g。由于不同产地葛根药材含量区别很大,国产葛根中含葛根素在0.001~0.037%之间^[2]。我们在试验中测得不同产地葛根药材含量在0.005~0.02%之间,考

虑到大生产的实际情况,暂定本品每g颗粒中所含葛根以葛根素计,不得少于2.5mg。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典[M]. 一部. 广州: 广东科学技术出版社, 1995. 附录: 35, 12, 296.
- [2] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 中国医药科技出版社, 1994. 314, 611.