

# 开胃健脾胶囊质量标准初步研究

何桂霞, 蒋孟良, 裴刚, 赵碧清(湖南中医学院药学院, 长沙 410004)

**摘要:** 采用薄层层析法对开胃健脾胶囊中的陈皮、黄连、木香、白术进行了定性鉴别, 并用薄层扫描法测定了甘草酸的含量, 方法简便、快速, 可作为该制剂质量控制标准。

**关键词:** 开胃健脾胶囊; 甘草酸; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)01-0007-03

## Studies on the Quality Standard of Kaiweijianpi Capsule

HE Gui-xia, JIANG Meng-liang, PEI Gang, ZHAO Bi-qiang

(Pharmacy Sub-college, Hunan College of TCM, Changsha 410004)

**Abstract:** The four traditional Chinese herbs in Kaiweijianpi capsule, pericarpium citri reticulatae, rhizoma coptidis, radix aucklandiae and rhizoma atractylodis macrocephalae, were qualitatively identified by TLC methods. The content of glycyrrhizic acid was determined by TLC scanning method.

**Key words:** Kaiweijianpi capsule; Glycyrrhizic acid; TLC scanning

开胃健脾胶囊是在原丸剂<sup>[1]</sup>改进基础上制备而成, 由甘草、陈皮、黄连、木香、白术等药材组成的复方制剂, 临床上用于消化不良、食欲不振, 疗效十分显著。本文采用薄层层析法对开胃健脾胶囊中的陈皮、黄连、木香、白术进行了定性鉴别, 并用薄层扫描法测定了甘草酸的含量, 方法简便、快速。

### 1 仪器与材料

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪; 三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂); 对照品: 甘草酸、橙皮甙、盐酸小檗碱, 对照药材: 甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch、黄连 *Coptis chinensis* Franch、陈皮 *Citrus reticulata* Blanco、

白术 *Atractylodes macrocephala* Koicz、木香 *Aucklandia lappa* Decne(中国药品生物制品检定所); 开胃健脾胶囊样品及阴性样品(自制, 批号 990302、990308、990312)。硅胶 G 及硅胶 GF<sub>254</sub>(青岛海洋化工厂, 薄层层析用)。其他试剂均为分析纯。

### 2 薄层定性鉴定

**2.1 陈皮的鉴别**<sup>[2]</sup> 取样品 5 粒内容物, 空白对照药(除去陈皮的制剂), 分别用甲醇 50ml 回流 1h, 滤液蒸干, 用甲醇-吡啶(4:1)溶解至 2ml, 作为供试品溶液及空白对照液。另取橙皮甙对照品, 加甲醇-吡啶(4:1)溶解制成 1mg·ml<sup>-1</sup> 的对照溶液。吸取上述 3 种

溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一块硅胶 G 板上, 以正丁醇-醋酸-水(8:1:1)为展开剂, 展距 8cm, 取出晾干, 喷 1% AlCl<sub>3</sub> 乙醇液, 于 365nm 紫外灯下检视, 供试品在与对照品相应位置上有一黄色荧光斑点(*R<sub>f</sub>* 约 0.8) 见图 1。

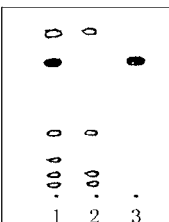


图1 陈皮薄层色谱图

1. 样品
2. 空白对照
3. 橙皮甙对照品

**2.2 黄连的鉴别** 取样品3粒内容物, 空白对照药(除去黄连的制剂), 分别用甲醇 50ml 回流 1h, 滤液蒸干, 用甲醇溶解至 2ml, 作为供试品溶液及空白对照液。另取小檗碱对照品, 加甲醇溶解制成 0.5mg·ml<sup>-1</sup> 的对照溶液。吸取上述 3 种溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一块硅胶 G 板上, 以正丁醇-冰醋酸-水(6:1:3)上层液为展开剂, 展距 8cm, 取出晾干, 于可见光下检视, 供试品在与对照品相应位置上有一黄色斑点(*R<sub>f</sub>* 约 0.6), 见图 2。

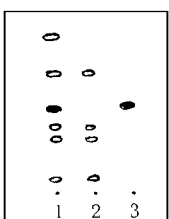


图2 黄连薄层色谱图

1. 样品
2. 空白对照
3. 小檗碱对照品

**2.3 白术的鉴别**<sup>[3]</sup> 取样品 5 粒内容物, 空白对照药(除去白术的制剂), 分别用正己烷 50ml 超声提取 1h, 滤液蒸干, 用乙酸乙酯溶解至 2ml, 作为供试品溶液及空白对照液。另取白术药材 2g, 同上制备得对照液。吸取上述 3 种溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一块硅胶 G 板上, 以石油醚-乙酸乙酯(50:1)为展开剂, 展距 8cm, 取出晾干, 喷 5% 香草醛-浓硫酸, 于 105℃ 烘至斑点清晰, 供试品在与对照品相应位置上有相同的桃红色斑点(*R<sub>f</sub>* 约 0.7), 见图 3。

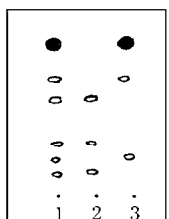


图3 白术薄层色谱图

1. 样品
2. 空白对照
3. 白术药材对照品

**2.4 木香的鉴别** 取样品 5 粒内容物, 空白对照药(除去陈皮的制剂), 分别用氯仿 50ml 回流 1h, 滤液蒸干, 用乙酸乙酯溶解至 2ml, 作为供试品溶液及空白对照液。另取木香药

材 1g, 同上制备得对照液。吸取上述 3 种溶液各 5 $\mu$ l, 分别点于同一块硅胶 G 板上, 以苯甲醇(27:1)为展开剂, 展距 8cm 取出晾干, 喷 5% 香草醛-浓硫酸, 于 105℃ 烘至斑点清晰, 供试品在与对照品相应位置上有相同的蓝紫色斑点(*R<sub>f</sub>* 约 0.4), 见图 4。

**3 甘草酸的含量测定**

**3.1 样品的制备**

**3.1.1 供试品溶液** 取样品 5 粒内容物, 等量空白对照药(除去甘草的制剂), 分别用乙醚 50 ml 回流 1h, 过滤, 滤渣挥干乙醚后, 用甲醇 30ml 回流 1h, 过滤, 滤液蒸干后加水 40ml 溶解残渣, 用水饱和的正丁醇萃取 3 次(每次 20ml), 合并正丁醇萃取液, 用水洗涤后, 水浴蒸干, 残渣加 5ml 甲醇使溶解并定容至 5ml。作为供试品溶液及空白对照液。

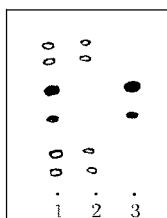


图4 木香薄层色谱图

1. 样品
2. 空白对照
3. 木香药材对照品

**3.1.2 对照品溶液**

精密称取甘草酸铵标准品, 加甲醇溶解并制成 1.05mg·ml<sup>-1</sup> 的对照溶液。

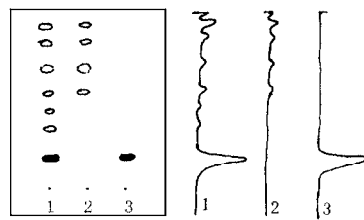


图5 薄层层析谱图及光谱扫描色谱图

1. 供试品溶液
2. 缺甘草阴性对照溶液
3. 甘草酸铵对照品

**3.2 薄层条件** 薄层板为硅胶 GF<sub>254</sub> 加 1% NaOH 液制成的 0.3mm 厚的层析板, 105℃ 活化 0.5h。展开剂为正丁醇-冰醋酸-水(6:1:3)上层液, 展距 12cm, 取出晾干, 于 254nm 紫外灯下检视, 供试品在与对照品相应位置上有棕褐色斑点(*R<sub>f</sub>* 约 0.3), 见图 5。

**3.3 扫描条件**<sup>[4]</sup> 波长  $\lambda_s = 252\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 500\text{nm}$ , 反射法线性扫描(狭缝 1.2mm × 1mm,  $S_X = 3$ )

**3.4 线性范围** 分别吸取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10 $\mu$ l 于同一硅胶 GF<sub>254</sub> (1% NaOH-CMC) 板上, 按层析分离条件操作扫描测定,

以对照品( $\mu\text{g}$ )为横坐标,斑点面积( $A$ )为纵坐标作图,得线性方程: $A = 1012.19C - 107.02$ ,  $r = 0.9970$ 。

**3.5 精密度试验** 用微量毛细管吸取甘草酸铵对照液,同一斑点连续重复扫描测定, $RSD$ 为0.4% ( $n = 5$ )。表明仪器重现性良好。同一样品在同一薄层不同位置点样测得结果, $RSD$ 为1.3%。同一样品在不同薄层不同位置点样测得结果, $RSD$ 为2.1%。

**3.6 稳定性试验** 吸取对照品溶液5 $\mu\text{l}$ ,点于硅胶GF<sub>254</sub>(1% NaOH-CMC)板上,依法每间隔0.5h扫描一次,结果表明,在8h内吸收峰面积不变。

**3.7 样品测定** 精密吸取供试品溶液5 $\mu\text{l}$ ,对照品溶液2.4 $\mu\text{l}$ 分别交叉点于同一硅胶GF<sub>254</sub>(1% NaOH-CMC)板上,依法展开,扫描测定,用外标两点法计算。结果见图5,表1。

表1 样品甘草酸含量

样品批号	$x$	$RSD$
	mg/粒	%
980308	1.51	3.22
980318	1.52	2.84
990326	1.50	2.03

**3.8 回收试验** 精密称取同一批号已知含量的样品约1g,分别加入一定量的甘草酸铵对照品,按供试品溶液的制备方法操作,依法展开,扫描测定,计算回收率。结果见表2。

表2 回收率试验

样品含量	加入量	测得量	回收率	$\bar{x}$	$RSD$
mg	mg	mg	%	%	%
5.10	2.12	7.11	98.48		
5.10	2.12	7.05	97.64		
5.10	4.80	9.69	97.88	98.10	3.30
5.10	4.80	9.73	98.28		
5.10	7.00	12.00	99.17		
5.10	7.00	11.74	97.17		

## 4 讨论

**4.1** 本品中陈皮、黄连、木香、白术的定性鉴别,均分别以各自的阴性对照液进行对照试验。结果显示没有干扰,且方法专属性强,灵敏度高,重现性好。

**4.2** 橙皮甙用吡啶甲醇溶解要注意其稳定性。

### 参考文献:

- [1] 湖北省卫生局. 湖北省药品标准[M]. 武汉: 湖北人民出版社, 1982. 35
- [2] 蒋孟良,董桂兰,杨代鸿. 痛泻宁冲剂的定性鉴别实验[J]. 中国中药杂志, 1989, 14(11): 28
- [3] 何薇,曾祖平,抵峰. 胃康冲剂质量标准的研究[J]. 中成药, 1995, 17(2): 46
- [4] 袁珂,瞿敛波,胡润淮. 薄层扫描法测定复方冬凌草含片中甘草酸的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 1998, 4(1): 1

(收稿日期: 1999-05-31)