

鼻康片质量的研究

王 宇¹, 张 昕²

(1 哈尔滨市药品检验所, 哈尔滨 150076; 2 哈尔滨制药四厂, 哈尔滨 150076)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)01-0019-03

鼻康片是由熊胆粉、鱼腥草、苍耳子、黄芩、赤芍等 11 味中药组成的复方制剂, 具有清热解毒、祛风宣肺、通鼻窍的作用。方中熊胆粉为主药, 含有熊去氧胆酸和鹅去氧胆酸, 为该制剂有效成分, 用薄层扫描法测定样品中熊去氧胆酸和鹅去氧胆酸的含量。用薄层色谱法对黄芩、赤芍、鱼腥草进行定性鉴别。

1 仪器、试剂与样品

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪。鼻康片及阴性样品(黑龙江中医药大学附属药厂); 对照品、对照药材(中国药品生物制品检定所); 硅胶 G(青岛海洋化工厂)。所用试剂均为分析纯。

2 薄层色谱法定性鉴别^[1]

2.1 熊胆粉^[2] 取本品 10 片, 去糖衣, 研细加甲醇 20ml, 回流提取 4h, 滤过, 回收甲醇, 加氢氧化钠溶液 7ml 置沸水中加热 7h(随时补充水), 放冷, 加盐酸调 pH2~ 3, 用醋酸乙酯提取 4 次, 前 3 次各用 20ml, 第 4 次用 10ml, 合并提取液蒸干, 残渣加醋酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品液。另取熊去氧胆酸、鹅去氧胆酸分别加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。取不含熊胆粉的阴性样品, 同供试品处理方法制备阴性对照液。照薄层色谱法试验, 吸取供试品液和阴性对照液, 对照品液各 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G

薄层板上,以异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水(10:5:5:3:1)上层液为展开剂展开(展距不小于17cm),取出、晾干,喷以5%磷钼酸乙醇液,105℃烘约10min至斑点显色清晰。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,阴性对照液无此斑点。

2.2 黄芩^[3] 取本品10片,除去糖衣,研细,加水20ml超声提取20min,离心,取上清液加盐酸调pH2~3,用醋酸乙酯15ml,10ml提取两次,合并醋酸乙酯液,蒸干,残渣加75%乙醇4ml溶解,作为供试品溶液。另取黄芩甙对照品加75%乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照溶液。再取无黄芩的阴性样品,同法制成阴性对照液。吸取供试品液、黄芩甙对照液、阴性对照液5μl分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂展开,取出,晾干置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上显相同的荧光斑点,阴性对照液无此斑点。

2.3 赤芍^[4] 取本品10片,除去糖衣,研细,加水40ml加热使溶解,加聚酰胺7g振摇,滤过,滤液用醋酸乙酯提取两次,每次20ml,合并滤液,浓缩至0.5ml,作为供试品溶液。取赤芍对照药材1g加乙醇20ml,浸渍过夜,滤过蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。再取无赤芍、白芍的阴性样品,同法制成阴性对照液。吸取供试品液、赤芍对照药材溶液、阴性对照液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-冰醋酸-水(8:2:1)为展开剂展开,取出、晾干,喷以茴香醛-甲醇-冰醋酸-硫酸(0.5:25:25:1)溶液,85℃烘约10min,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斑点。阴性对照液无此斑点。

2.4 鱼腥草^[5] 取本品10片,除去糖衣,研细,于索氏提取器中,加氯仿35ml回流至无色。残渣挥尽氯仿,加5%盐酸乙醇液40ml回流水解4h,滤液用乙酸乙酯萃取,回收至干,加甲醇1ml溶解,作为供试品溶液。另取

槲皮素对照品1mg溶于1ml甲醇中,作为对照品溶液。吸取供试液10ml,对照品溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(10:4:1)展开,喷5%三氯化铝乙醇溶液,紫外灯(254~365nm)下观察,供试品色谱在与对照品色谱相应位置上显相同黄绿色荧光斑点。阴性对照液无此斑点。

3 样品熊去氧胆酸和鹅去氧胆酸的含量测定^[2]

3.1 色谱条件 薄层板为0.3%羧甲基纤维素钠硅胶G板,展开剂为异辛烷-乙醚-冰醋酸-正丁醇-水(10:5:5:3:1)的上层液。选用 $S_X = 3$,狭缝1.2mm×1.2mm, $\lambda_S = 375\text{nm}$, $\lambda_R = 700\text{nm}$ 。

3.2 对照品溶液的制备 精密称取减压干燥至恒重的熊去氧胆酸和鹅去氧胆酸对照品各2mg,加乙醇2ml使溶解,制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。

3.3 稳定性试验 取对照品溶液1μl,点于薄层板上,展开,显色,每隔20min扫描1次,连续扫描5次,结果表明在100min内测定结果稳定。 $RSD_{(鹅)} = 0.59\%$ $RSD_{(熊)} = 0.52\%$ 。

3.4 线性范围 取对照品溶液1 2 3 4 5μl点于同一薄层板上,按上述色谱条件进行薄层扫描,得回归方程: $Y_{熊} = 39775.52x - 12411.42$
 $r = 0.9996$; $Y_{鹅} = 36579.9x - 3170.14$ $r = 0.9960$ 。

峰面积与对照品溶液在一定范围内呈良好的线性关系。

3.5 含量测定 取本品20片,除去糖衣,研细,精密称取3.0g,置具塞三角烧杯中,加甲醇超声处理提取4次,每次25ml,各20min,合并甲醇液,回收甲醇至干,残渣加10%氢氧化钠液30ml120℃水解4min,放冷,滴加盐酸调pH值至2~3后,用醋酸乙酯提取4次,每次50ml,合并醋酸乙酯提取液,回收至干,残渣用乙醇定容于10ml容量瓶中,作为供试品溶液。分别量取对照品液1,2μl和供试品液2,4μl分别交叉点于同一含0.3%羧甲基纤维素钠的硅胶G薄层板上,以异辛烷

乙醚-冰醋酸-正丁醇-水(10:5:5:3:1)的上层液为展开剂,展开、取出、晾干,喷以20%硫酸乙醇液,于105℃烘约7min,取出、测定,结果见表1。

表1 样品含量测定结果

批号	熊去氧胆酸与鹅去氧胆酸总量%	熊去氧胆酸%
950001	0.412	0.188
950002	0.410	0.186
950003	0.413	0.187

3.6 精密度试验 分别吸取5份对照品溶液1 μ l,测得熊去氧胆酸峰面积值。 $RSD = 0.69\%$ 。

3.7 回收率试验 精密称取熊去氧胆酸对照品5份分别加入精密称取的1g供试品中,提取、点样后展开,测定,结果见表2,测得回收率在98.0%以上。

表2 回收率测定结果

加入量 mg	测得值 mg	回收率%	\bar{x} %	RSD %
1.02	3.62	98.0		
1.02	3.61	97.1		
1.53	4.10	96.7	98.0	1.04
1.53	4.13	98.7		
2.04	4.65	99.5		

3.8 重现性试验 对同一批样品,分别取5份,依法操作,测其熊去氧胆酸含量。平均值

$= 0.18087$; $RSD = 0.73\%$ 。结果表明该方法重现性良好。

4 讨论

鼻康片是由多种中药组成的复方制剂,组成复杂,干扰组分多,采用不同方法提取,有效地分离提取出有效成分并进行了薄层色谱鉴别,方法简单,斑点分离度好,并且有较好的重现性,应用薄层色谱扫描法测定了主要成分的含量,并且有一定的准确性,可以控制该产品内在质量。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典一部[M]. 广东: 广东科技出版社, 1995. 附录 35~ 36
- [2] 中华人民共和国卫生部部颁标准(试行)[M], WB₂-09(B-09), 88
- [3] 王宝桀, 陈德昌. 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. 240
- [4] 刘训红, 王玉玺, 房克慧. 中药材薄层色谱鉴别[M]. 天津: 天津科学技术出版社, 1990. 43~ 44
- [5] 徐国钧, 何宏贤, 徐珞珊. 中国药材学[M]. 下册. 北京: 中国医药科技出版社, 1996. 1347~ 1348

(收稿日期: 1998-12-09)