

肠肛舒颗粒质量标准的研究

成都中医药大学(610075) 周淑芳* 唐声武 郭力 邱丰 余凌英

摘要 采用薄层色谱法对肠肛舒颗粒制剂中赤芍、黄芩、槐角、大黄进行定性鉴别;采用反相高效液相色谱法对制剂中赤芍所含芍药苷进行了含量测定。该方法简便,专属性及重现性好,平均回收率为100.82%,RSD为1.94%($n=6$)。

关键词 薄层色谱鉴别 PR-HPLC法 芍药苷 含量测定 肠肛舒颗粒

Studies on the Quality Standard of Changgangshu Granule

Zhou Shufang, Tang Shengwu, Guo Li, *et al.* (Pharmacy College of Chengdu University of TCM, Chengdu 610075)

Abstract Changgangshu Granule (CG) was a processed Chinese herbal preparation to relieve constipation and hemorrhoid complicated with prolapse. Its contents of *Radix Paeoniae Rubra*, *Fructus Sophorae*, *Radix Scutellariae* and *Radix et Rhizoma Rhei* were identified by TLC, and paeoniflorin was determined by RP-HPLC. The methods were simple, with good specificity and reproducibility. It's average recovery rate was 100.82%, and RSD 1.94% ($n=6$).

Key words TLC RP-HPLC paeoniflorin determination Changgangshu Granule (CG)

肠肛舒颗粒由赤芍、黄芩、槐角、大黄等中药加工制成,具有清热凉血,解痉止痛,润肠通便之功效。用于血热肠燥便秘,肛门肿痛,痔疮出血,脱肛等症。现将肠肛舒颗粒质量标准的研究结果报道如下。

1 实验材料

GILSON液相色谱仪(法国吉尔森公司),高速离心机LG-10-2.4A,SB-2200超声波清洗器;芍药苷、黄芩苷、大黄素、大黄酸对照品,大黄、槐角对照药材(中国药品生物制品检定所);硅胶G(青岛);UV-I型三用紫外分析仪;所用试剂均为分析纯。

药材购自四川省中药材公司;肠肛舒颗粒由本校药剂教研室提供。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别

2.1.1 赤芍:取肠肛舒颗粒2g,加乙醇2

mL超声振荡提取5min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇2mL溶解,作供试液。取缺赤芍的肠肛舒颗粒阴性样品2g,按上法制成阴性对照液。另取芍药苷加乙醇制成2mg/mL的溶液,作为对照品溶液。

取上述3种溶液4 μ L,点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-水(26:14:5)下层溶液展开,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,热风吹至斑点清晰,日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上呈相同颜色斑点,阴性样品在相同位置上无相同斑点出现。见图1-A。

2.1.2 黄芩:取肠肛舒颗粒5g,加甲醇20mL回流提取1h,放冷,滤过,滤液作供试液。按上法制成阴性对照液。另取黄芩苷对照品,加甲醇制成1mg/mL对照品溶液。

取上述3种溶液5 μ L点于同一4%

* Address: Zhou Shufang, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Chengdu
周淑芳 副教授 硕士导师。成都中医药大学本科毕业。一直从事中药药剂学课程的教学和中药新制剂的研究。先后承担了省教委益视颗粒剂、中药治疗瘢痕制剂,四川省中医药管理局的益气增液口服液,四川省科委的治疗肝病制剂等课题药剂方面的研究。发表论文章数篇。

NaAC-硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-丁酮-甲醇-水(5:3:1:1)展开,取出晾干,喷以 2% FeCl₃ 乙醇溶液,日光下检视。见图 1-B。

2.1.3 槐角:取肠肛舒颗粒 5 g,加水 30 mL 溶解,置分液漏斗中,用醋酸乙酯萃取(90 mL×2),合并醋酸乙酯,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 溶解,作供试品溶液。按上述方法制成阴性对照液。另取槐角对照药材 1 g,加甲醇 10 mL 冷浸 1 h,蒸干,残渣加 1 mL 甲醇溶解,作为药材对照液。

取上述 3 种液 4 μL 点于同一硅胶 G 板上,以氯仿-甲醇-甲酸-水(9:5:0.5:0.5)展开,取出晾干,日光下检视。见图 1-C。

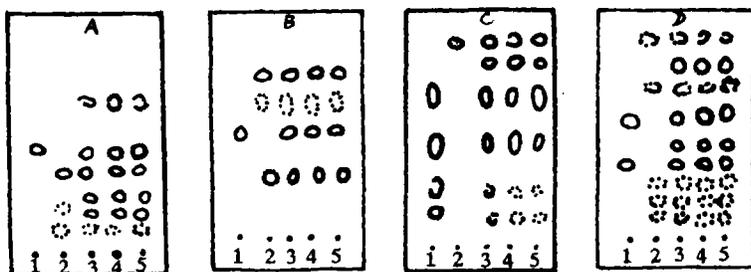


图 1 各药材 TLC 图
A-赤芍 1-芍药苷 B-黄芩 1-黄芩苷 C-槐角 1-槐角对照药材 D-大黄 1-大黄素、大黄酸 2-各自阴性对照 3~5-三批样品供试液

2.2 含量测定

2.2.1 色谱分析条件:Synchropak ODS 柱(5 μm,150×4.6 mm id),ODS 预柱;流动相为甲醇-36%乙酸-异丙醇-水(25:2:1:71);流速 1.0 mL/min;柱温 30℃;检测波长 230 nm;灵敏度 0.1 AUFS;理论塔板数按芍药苷峰计不低于 4 000;拖尾因子 1.04。

2.2.2 标准曲线测定:精密量取芍药苷对照品溶液(0.1296 mg/mL)2、4、6、8、10 μL 进样,按上述色谱条件测定峰面积,HPLC 图谱见图 2-A。以峰面积积分为纵坐标,芍药苷进样量为横坐标,绘制标准曲线。经线性回归处理,回归方程为 $A = 31820.75 C - 7350.3$, $r = 0.9999$,表明芍药苷的进样量在 0.259~1.296 μg 内时,与峰面积呈良好的线性关系。

2.2.3 精密度测定:精密吸取上述对照品溶液 5 μL,重复进样 5 次,按上述色谱条件测

2.1.4 大黄:取肠肛舒颗粒 5 g,加甲醇 30 mL,超声振荡提取 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 40 mL 使溶解,再加盐酸 4 mL,水浴加热 30 min,冷却,置分液漏斗中用乙醚萃取(20 mL×2),合并乙醚液,蒸干,残渣加醋酸乙酯 2 mL 溶解,作供试液。按上述方法制成阴性对照液。另取大黄素、大黄酸加甲醇制成 1 mg/mL 的对照品溶液。分别取上述 3 种溶液 10 μL 点于同一硅胶 H-0.5% CMC-Na 薄层板上,以石油醚(30℃~60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂展开,取出晾干,置紫外光灯下(365 nm)检视。结果见图 1-D。

定峰面积,芍药苷峰面积积分值的 RSD 为 1.33%,小于 2%,表明精密度良好。

2.2.4 供试品溶液的制备与测定:取本品约 0.2 g,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加水 40 mL,超声振荡提取 40 min,放冷,加水至刻度,离心,取上清液作供试品溶液。精密吸取该溶液 10 μL,按上述色谱条件测定。HPLC 图谱见图 2-B。

2.2.5 稳定性测定:取供试品溶液,分别于当日、次日及第 3 日进样 10 μL,测得样品中芍药苷的峰面积值的 RSD 为 0.66%,表明供试液 3 d 内稳定性良好。

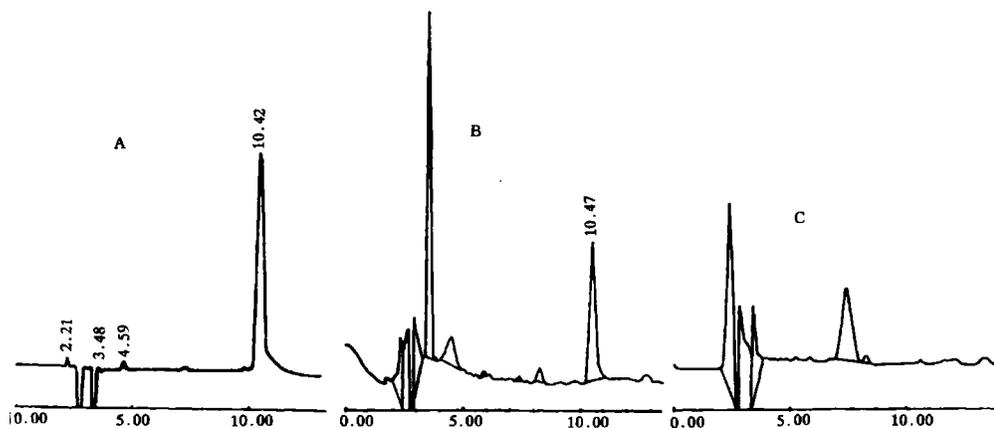
2.2.6 重现性测定:同一批样品分别称取 5 份,按拟定的含量测定方法制备样品供试液,并进行测定,测得峰面积值的 RSD 为 0.37%,小于 2%,表明拟定的测定方法重现性良好。

2.2.7 加样回收率测定:测定结果加样回收率在 95%~105%之间,方法可行。

2.2.8 样品测定:分别精密吸取对照品试液

和供试液各 5 μ L,按上述色谱分析条件,分析结果见表 1。

3 讨论



A-芍药苷 B-供试品 C-阴性

图 2 HPLC 图

表 1 样品测定结果

样品批号	芍药苷含量(mg/g)	RSD(%)
1	12.114	1.54
2	12.725	1.07
3	12.506	1.83
4	11.861	0.65

3.1 赤芍为方中君药,芍药苷为赤芍的主要有效成分,故选择芍药苷作控制本品质量的指标成分。含赤芍的中药复方制剂中芍药苷的含量测定,报道有薄层扫描法^[1]和高效液相色谱法^[2~4]等。曾采用薄层扫描法测定,但前处理及测定操作复杂,影响因素较多而致重现性差,采用 HPLC 法对其进行含量测

定,具有分离效果好,灵敏、准确等优点,故采用 HPLC 法测定。

3.2 肠肛舒颗粒剂是在古方“槐角丸”的基础上加减而成。在成都中医药大学附属医院肛肠科应用 30 多年,疗效确切可靠。经剂型研究确定制成颗粒剂。该颗粒剂具有清热凉血、解痛、止痛、润肠通便等作用,适用于血热肠燥、便秘、肛门肿痛、痔疮出血、脱肛等症。在成都市中医院、成都市痔疮专科医院等单位扩大应用中,该药使用方便、疗效特别好,受到单位和病人的好评。

(1999-02-08 收稿)

《中草药》杂志 2000 年改版启事

为了增加刊物的信息量,进一步与国际接轨,本刊从 2000 年第 1 期开始改为大 16 开本。另外,根据《中草药》杂志第六届编委会编委的建议,为了吸引更多的学术水平高的稿件,从 2000 年第 1 期开始,下列文章将优先发表:1)国家自然科学基金项目,国家、省、部级攻关项目,开放实验室研究项目等的优秀论文;2)有重要指导性意义或发表后具有广泛引用价值的文章;3)有重大发现,发表后准备报奖的文章;4)两院院士及博士生导师的文章。以上几类论文,来稿时请附证明材料的复印件。

《中草药》杂志编辑部