

枳术消食胶囊的质量控制研究

穆志明¹, 李慧峰², 裴妙荣^{2*}

1. 太原济世堂, 山西 太原 030006

2. 山西中医学院, 山西 太原 030024

摘要: **目的** 建立枳术消食胶囊的质量控制方法。**方法** 采用薄层色谱法对制剂中白术、党参及槟榔进行定性鉴别, 采用高效液相色谱法测定橙皮苷。**结果** TLC 鉴别色谱特征斑点明显。橙皮苷进样量 0.115~2.300 μg 与峰面积积分值的线性关系良好, 平均回收率为 99.32%, RSD 为 0.93% ($n=6$)。**结论** 所建立的薄层色谱和高效液相色谱法的专属性强, 重复性好, 可用于枳术消食胶囊的质量控制。

关键词: 枳术消食胶囊; 白术; 党参; 槟榔; 薄层色谱; 橙皮苷; 高效液相色谱

中图分类号: R286.02 **文献标志码:** A **文章编号:** 1674 - 5515(2012)05 - 0464 - 04

Quality control of Zhizhu Xiaoshi Capsule

MU Zhi-ming¹, LI Hui-feng², PEI Miao-rong²

1. Taiyuan Jishitang, Taiyuan 030006, China

2. Shanxi College of Traditional Chinese Medicine, Taiyuan 030024, China

Abstract: Objective To establish the quality control method for Zhizhu Xiaoshi Capsule. **Methods** The qualitative identification of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma*, *Codonopsis Radix*, and *Arecae Semen* was carried out by TLC, and the content of hesperidin was determined by HPLC. **Results** The TLC spots were quite clear. The linearity range was 0.115—2.300 μg for hesperidin by HPLC, and the average recovery was 99.32% for hesperidin with RSD of 0.93% ($n=6$). **Conclusion** The established TLC and HPLC methods are specific and reproducible and suitable for the quality control for Zhizhu Xiaoshi Capsule.

Key words: Zhizhu Xiaoshi Capsule; *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma*; *Codonopsis Radix*; *Arecae Semen*; TLC; hesperidin; HPLC

枳术消食胶囊为山西医科大学第二临床医院制剂, 由党参、白术、枳实、槟榔等 6 味中药组成, 具有健脾益气、消食导滞的功效, 用于脾胃气虚、食积内停所致的不思饮食、食少不化、恶心呕吐、脘腹胀满、大便秘结等症。为了较好地控制本制剂的质量, 本实验对枳术消食胶囊中白术、党参和槟榔进行定性鉴别, 并采用高效液相色谱法建立橙皮苷的测定方法。

1 仪器与试剂

美国 Waters 2695 高效液相色谱仪及其工作站, Waters 2998 检测器; AB135—S 电子天平(十万分之一, 瑞士 Mettler 公司); 超声波清洗器(功率 150 W, 频率 50 kHz, 昆山市超声仪器有限公司)。

橙皮苷对照品(含量测定用, 批号 110721-200512)和白术、党参和槟榔对照药材(批号分别为 120925-200304、121057-200303、120915-200308)均购自中国药品生物制品检定所。枳术消食胶囊(批号为 090429、090430、090501, 自制)。甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂为分析纯。

2 方法与结果

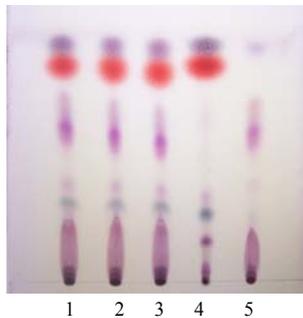
2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 白术的鉴别^[1] 取本品内容物 5 g, 加正己烷 25 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取白术对照药材 0.5 g, 同法制成对照药材溶液。再取缺白术阴性样品 5 g, 同供试品溶液的制备方法进行操作, 即得阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》

收稿日期: 2012-08-06

*通讯作者 裴妙荣 Tel: (0351) 2272180 Fax: (0351) 2272269 E-mail: peimr602@163.com

2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) - 醋酸乙酯 (50:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中, 在与对照药材溶液色谱相应的位置上显相同颜色的桃红色斑点, 图谱清晰, 阴性对照溶液无干扰, 见图 1。



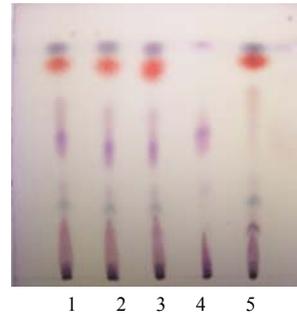
1~3-枳术消食胶囊 4-白术对照药材 5-阴性对照
1—3-Zhizhu Xiaoshi Capsule 4-*Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* reference raw material 5-negative sample

图 1 枳术消食胶囊中白术的薄层色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Atractylodis Macrocephalae Rhizoma* in Zhizhu Xiaoshi Capsule

2.1.2 党参的鉴别^[2] 取本品内容物 5 g, 党参对照药材 0.5 g 及缺党参阴性对照 5 g, 同“2.1.1”项下供试品溶液的制备方法操作, 分别得到供试品溶液、党参对照药材溶液及阴性对照溶液。照薄层色谱法 (《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) - 醋酸乙酯 (50:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中, 在与对照药材溶液色谱相应的位置上显相同颜色的斑点, 图谱清晰, 阴性对照溶液无干扰, 见图 2。

2.1.3 槟榔的鉴别^[3] 取本品内容物 20 g, 加浓氨试液 6 mL, 加二氯甲烷 80 mL, 超声处理 10 min, 放置 2 h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 0.5 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另槟榔对照药材 2 g, 同法制成对照药材溶液。再取缺槟榔阴性对照 5 g, 同供试品溶液的制备方法操作, 即得阴性对照溶液。照薄层色谱法 (《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 10 μ L, 分别点于同一

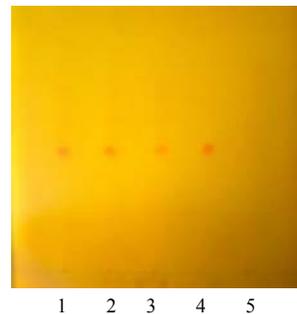


1~3-枳术消食胶囊 4-党参对照药材 5-阴性对照
1—3-Zhizhu Xiaoshi Capsule 4-*Codonopsis Radix* reference raw material 5-negative sample

图 2 枳术消食胶囊中党参薄层色谱图

Fig. 2 TLC chromatogram of *Codonopsis Radix* in Zhizhu Xiaoshi Capsule

硅胶 G 薄层板上, 以甲苯 - 二氯甲烷 - 甲醇 (14:4:3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以改良碘化铋钾试液, 晾至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中, 在与对照药材溶液色谱相应的位置上显相同颜色的斑点, 图谱清晰, 阴性对照溶液无干扰, 见图 3。



1~3-枳术消食胶囊 4-槟榔对照药材 5-阴性对照
1—3-Zhizhu Xiaoshi Capsule 4-*Arecae Semen* reference raw material 5-negative sample

图 3 枳术消食胶囊中槟榔薄层色谱图

Fig. 3 TLC chromatograms of *Arecae Semen* in Zhizhu Xiaoshi Capsule

2.2 橙皮苷的 HPLC 法测定

2.2.1 色谱条件^[4-6] Diamonsil C₁₈ 色谱柱 (150 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇 - 水 (40:60); 柱温为 30 $^{\circ}$ C; 体积流量为 1 mL/min; 检测波长为 284 nm。

2.2.2 对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 60 μ g/mL 的溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 精密量取本品 2 g, 置 50 mL 量瓶中, 加 30% 乙醇适量, 振摇, 用 30% 乙

醇稀释至刻度, 摇匀, 放置, 滤过, 即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 取缺枳实的阴性样品, 按供试品溶液的制备项下方法操作, 即得阴性对照溶液。

2.2.5 系统适应性试验 精密吸取橙皮苷对照品溶液、枳术消食胶囊供试品溶液和缺枳实的阴性对照

溶液各 10 μL , 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 结果见图 4。可见, 橙皮苷色谱峰保留时间在 8.5 min 左右, 对称因子为 0.95~1.05, 与相邻峰的分度大于 1.5, 理论塔板数按橙皮苷峰计算不低于 2 000。阴性对照溶液在相应位置无色谱峰, 表明阴性对照无干扰。

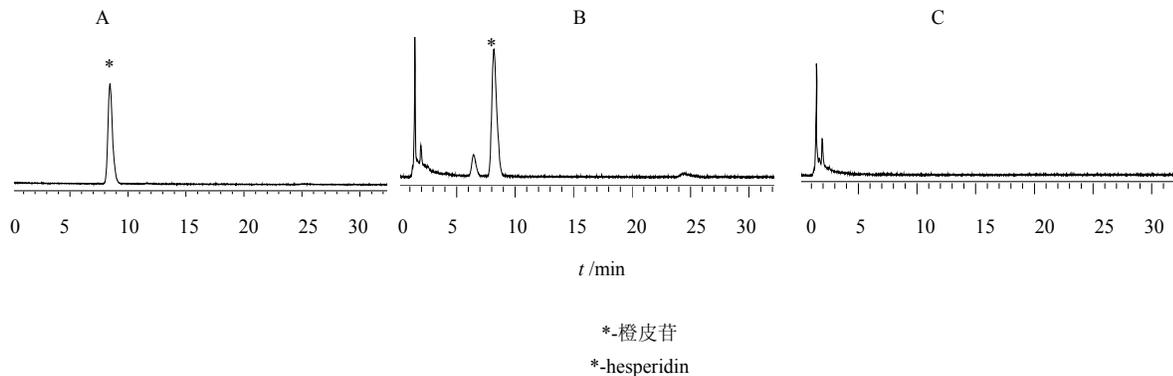


图 4 橙皮苷对照品 (A)、枳术消食胶囊 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 色谱图

Fig. 4 HPLC chromatograms of hesperidin reference substance (A), Zhizhu Xiaoshi Capsule (B), and negative sample (C)

2.2.6 线性关系考察 取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇溶液制成 0.23 mg/mL 的溶液。分别精密量取 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.2、1.6、2.0 mL 对照品溶液置 2 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别精密吸取 10 μL 注入液相色谱仪, 测定峰面积。以对照品进样质量为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y=1\ 532.4 X-51\ 359$, $r=0.999\ 9$ 。结果表明橙皮苷在 0.115~2.300 μg 与峰面积的线性关系良好。

2.2.7 精密度试验 分别精密吸取 69 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 橙皮苷对照品溶液, 连续进样 6 次, 每次 10 μL , 测定橙皮苷峰面积, 计算得其 RSD 值为 0.61%。

2.2.8 稳定性试验 精密吸取批号 090429 样品制备的供试品溶液, 分别于 0、2、4、6、8、10 h 进样 10 μL , 测定橙皮苷峰面积, 其 RSD 为 1.69%, 表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

2.2.9 重复性试验 精密称取批号 090429 样品 6 份, 分别制备供试品溶液, 测定橙皮苷的峰面积, 结果橙皮苷的质量分数为 15.82 mg/g, 计算得其 RSD 值为 1.83%。

2.2.10 加样回收率试验 称取批号 090429 的样品 6 份, 每份 0.1 g, 精密称定, 分别加入橙皮苷对照品 1.624 mg, 制备供试品溶液, 进样测定, 计算回

收率, 结果平均回收率为 99.32%, RSD 值为 0.93%。

2.2.11 样品测定 取 3 批枳术消食胶囊样品, 制备供试品溶液。在上述色谱条件下精密吸取橙皮苷对照品溶液和枳术消食胶囊供试品溶液各 10 μL 进样, 测定, 计算结果见表 1。

表 1 枳术消食胶囊中橙皮苷的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of hesperidin in Zhizhu Xiaoshi Capsule ($n=3$)

批号	橙皮苷/($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)
090429	15.82
090430	14.55
090501	16.12

3 讨论

党参的薄层色谱鉴别试验中, 曾尝试按《中国药典》2010 年版一部中党参项下的薄层色谱鉴别方法进行鉴别, 但是, 因枳术消食胶囊为制剂, 色谱斑点比较多, 效果不理想, 所以选用本实验的方法进行鉴别。

枳实为方中君药, 为了控制枳术消食胶囊的内在质量, 所以选择对枳实中含量较高的药效成分橙皮苷进行了含量测定。

本实验建立的白术、党参及槟榔的薄层色谱鉴别方法快速、准确、易于操作，建立的橙皮苷的测定方法，简便可行，重复性好，结果准确，可用于该制剂的质量控制。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010: 95, 230, 264, 342.
- [2] 付丽芳, 付丽萍. 健脾口服液中党参白术的薄层鉴别 [J]. 时珍国医国药, 2000, 11(3): 231.
- [3] 蔡乐, 王曙, 程世琼, 等. 藏药二十八味槟榔丸的鉴别及没食子酸的含量测定 [J]. 华西药学杂志, 2002, 17(5): 355-357.
- [4] 梁远园, 冯彪, 祝晨陈, 等. HPLC 法测定枳实药材中橙皮苷与柚皮苷的含量 [J]. 中药新药与临床药理, 2006, 17(5): 359-361.
- [5] 袁金斌, 周志炎. HPLC 测定陈皮提取物及制剂中橙皮苷的含量 [J]. 中成药, 2006, 28(3): 455-456.
- [6] 唐德智. 通宣理肺胶囊中柚皮苷、橙皮苷和黄芩苷的含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(15): 93-95.