

陈香露白路片中陈皮甙和总蒽醌含量测定的研究

广西中医学院制制药厂 南宁 730023)

李国权*

广西中医学院

甄汉深

摘要 采用双波长薄层扫描法测定陈香露白路片中陈皮甙含量;采用分光光度法测定该片中总蒽醌含量。实验结果表明本法可以作为该片质控手段之一。

关键词 陈香露白路片 薄层扫描 陈皮甙 总蒽醌

陈香露白路片为中西药复方制剂,临床上主要用于治疗胃、十二指肠溃疡、慢性胃炎,地方药品标准有收载^[1~4]。该片由广木香、石菖蒲、陈皮、大黄、甘草、氧化镁、碳酸氢钠、颠茄流浸膏、次硝酸铋等9味组成^[1]。目前在其质量标准中中药成分无含量测定项目。笔者用薄层扫描法与分光光度法分别测定该片中陈皮甙与总蒽醌含量,效果满意。

1 仪器和材料

CS-9000双波长飞点快速扫描仪(日本);紫外分析仪(254nm, 365nm, 日本);点样用定容毛细管(USA);分光光度计UV-160型(日本);PBQI型薄层自动铺板器。陈香露白路片为广西中医学院附属制药厂产品。对照品:由中国药品生物制品检定所提供;1,8-二羟基蒽醌纯品(上海进口分装);硅胶G,青岛海洋化工厂产品。所用试剂均为分析纯。

2 实验方法

陈皮甙含量测定:a)层析条件:取0.5g CMC-Na溶于100ml 0.5%NaOH溶液中,取上清液,加硅胶G(3:1),用电动搅拌器搅匀后自动铺板器铺板(10×20cm),厚度0.5mm,室温晾干后,于110℃活化45min,置于干燥器中备用。展开剂:醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13),展距15cm;显色剂1%AlCl₃乙醇液。

b)橙皮甙对照液与样品供试液制备:精密称取橙皮甙标准品0.0041g,以0.1%NaOH甲醇液作溶剂,定容于10ml容量瓶中,即得0.41mg/ml甲醇液作为橙皮甙对照液。精密称取陈香露白路片20片,求出平均片重,研成细粉,精密称取片粉约4g,分别置于索氏提取器中,加甲醇100ml,80℃水浴回流提取至无色,浓缩后定容于25ml量瓶中即得,作为陈香露白路片供试液。

c)薄层定性:在同一块薄层板上,分别各点对照液和样品供试液一定量,在上述层析条件下展开,展距15cm,以1%AlCl₃乙醇液喷雾显色后,冷风吹干,在紫外灯下观察,结果样品供试液与对照液在相同位置(365nm)上均显黄绿色荧光斑点。见图。

d)扫描条件:对上述橙皮甙及供试液在相同位置的斑点,在100~370nm波长进行光谱

扫描测定,结果表明橙皮甙在290nm处有最大吸收。因此选择 $\lambda_s = 290\text{nm}$, $\lambda_R = 360\text{nm}$ 。

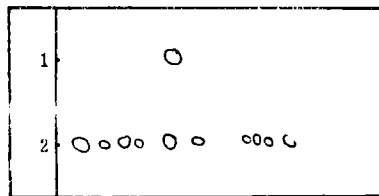


图 橙皮甙薄层图谱

1-橙皮甙 2-陈香露白路样品

* Address: Li Guoquan, Pharmaceutical Factory, Guangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanning

e) 线性关系考察: 用定容毛细管精密吸取橙皮甙对照液2、3、4、5、6 μ l, 点样, 按上述条件展开, 扫描, 测定其峰面积, 得回归方程: $Y = 278.21 + 3696.49X$, $r = 0.9999$ 。

实验结果表明橙皮甙对照品在0.82 μ g~2.46 μ g之间浓度与峰面积呈一条直线。

f) 精密度试验: 同一斑点连续重复扫描测定, 变异系数 $CV = 0.36\%$ ($n = 5$)。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, $CV = 1.03\%$ 。同一样品在不同薄层不同位置点样测得结果, $CV = 1.77\%$ 。

g) 稳定性试验: 取对照液点样, 展开, 晾干, 显色, 吹干, 从吹干后15min起测定, 每隔30min测定一次, 4h内面积积分值基本不变。结果表明橙皮甙至少在4h内稳定。

h) 样品测定: 吸取供试液4ml, 橙皮甙对照液3 μ l和4 μ l, 分别点于同一薄层板上, 展开, 晾干, 显色, 吹干后, 按上述条件扫描测定供试液和对照品峰面积, 按外标两点法计算, 结果见表1。

i) 回收率测定: 取已测得含量样品, 加入一定量橙皮甙对照品, 以下操作同样品测定, 结果回收率为 $96.7 \pm 0.58\%$ ($n = 4$)。

2.2 总蒽醌含量测定 (按文献法) [5]

a) 标准曲线的绘制: 精密吸取1,8-二羟基蒽醌乙醚液 (0.1mg/ml) 0.2、0.4、0.7、1.0、1.2、1.4ml, 分别置10ml容量瓶中, 挥去乙醚后, 加0.5%醋酸镁甲醇液

溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 在498nm波长处分别测定其吸收值 (以0.5%醋酸镁甲醇液作空白, 以浓度、吸收值绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 0.01957 + 70.4107X$, $r = 0.9999$ 。

b) 含量测定方法: 总蒽醌测定: 取陈香露白路片10片, 研成粉末, 取2g, 精密称定, 加入1g硅藻土, 研匀, 全部转入具塞磨口锥形瓶中。精密加入甲醇25ml, 称重 (称准至0.01g), 室温放置18h, 并时时振摇, 补足损失的甲醇量。用干燥滤纸过滤, 弃去初滤液5ml, 续滤液备用。

精密吸取上述滤液5ml, 放入20ml具塞试管中, 挥干甲醇。残渣加水1ml, 30%过氧化氢1ml, 浓盐酸0.2ml, 置沸水浴中加热30min, 立即用流水冷却, 加乙醚萃取至醚层无色, 合并醚液, 用水洗至中性, 将醚液挥干。残渣加0.5%醋酸镁甲醇溶液溶解, 并定容至10ml (必要时过滤)。于498nm波长处测吸收值, 根据回归方程计算含量。结果见表2。

c) 回收率测定: 取一定量1,8-二羟基蒽醌加入样品中, 按“总蒽醌测定”项下操作,

表1 陈香露白路片橙皮甙含量测定结果

样品批号	$\bar{x}$ mg/片 $\pm S$ (n=5)	CV%
911119	1.0453 $\pm$ 0.01203	1.15
911113	1.0653 $\pm$ 0.01889	1.77
911120	1.0396 $\pm$ 0.006330	0.652
911123	1.0471 $\pm$ 0.006825	0.652
911028	1.0432 $\pm$ 0.004457	0.427
平均值	1.0481 $\pm$ 0.01001	0.955

表2 总蒽醌含量测定结果 (n=5)

样品批号	总蒽醌 ($\bar{x}\%$ $\pm S$)	CV%	游离蒽醌 ($\bar{x}\%$ $\pm S$)	CV%
911119	0.162 $\pm$ 0.003873	2.39	0.125 $\pm$ 0.002236	1.79
911113	0.171 $\pm$ 0.003873	2.26	0.124 $\pm$ 0.001499	1.21
911123	0.170 $\pm$ 0.002915	1.71	0.126 $\pm$ 0.001225	0.972
911120	0.158 $\pm$ 0.002550	1.61	0.120 $\pm$ 0.001803	0.693
911028	0.162 $\pm$ 0.003122	1.93	0.125 $\pm$ 0.000868	0.693
平均值	0.165 $\pm$ 0.005657	3.43	0.124 $\pm$ 0.002345	1.89

测得量计算回收率,结果回收率为 $96.29 \pm 1.42\%$ ($n=4$)。

3 讨论

3.1 实验结果表明使用本法测定陈香露白路片中橙皮甙含量准确、可靠,重现性好,方法简便,灵敏,并可排除片中其它成分干扰。本实验对4批样品进行测定,结果橙皮甙的平均含量为 1.0481mg/片 ;各批号测定变异系数 $CV \leq 1.77\%$,加样回收率平均值为 96.71% ($CV = 0.58\%$),说明本法的可行性。笔者认为本法可以作为陈香露白路片质控手段之一。

3.2 按文献报道^[5],我们采用分光光度法进行总蒽醌与游离蒽醌测定。结果总蒽醌平均值为 0.165% ,各批的 $CV \leq 2.39\%$;游离蒽醌平均值为 0.124% ,各批的 $CV \leq 1.79\%$,加样回收率平均值为 96.29% , $CV = 1.42\%$,说明本法的可行性。

据报道^[5],由于原料中大黄游离蒽醌含量相差较大,因此以总蒽醌含量为质控指标较好。

为了消除片中其它成分干扰,笔者采用除大黄模拟片空白依蒽醌含量测定法进行测定,结果吸收值近似为零,本方法可作为该片的质控指标。

3.3 在薄层扫描法中,样品提取至提取液无色,残渣另加甲醇浸泡,浓缩点于薄层板上,按上展开,显色,与对照液比较在相同位置上无荧光点为提尽,实验表明提取20h即可。

3.4 片中尚含有广木香、石菖蒲等中药,其有效成分的含量测定尚待进一步研究。

参 考 文 献

1 湖北省卫生厅.湖北省药品标准.1983,

2 四川省卫生厅.四川省药品标准.1983,

3 贵州省卫生厅.贵州省药品标准.1983,

4 广西壮族自治区卫生厅.广西药品标准.1984

5 连珊波,等.中成药,1989,11(11):10

(1993-06-22收稿)

治疗肝炎新药——葫芦素及葫芦素片

葫芦素为中药甜瓜蒂(别名:苦丁香)提取物,为我单位研制的治疗慢性肝炎的有效药物。葫芦素片对改善肝炎患者的症状、回缩肝脾、退黄、降酶有很好的效果,还具的降浊、纠正蛋白倒置、提高非特异性细胞免疫的功能。葫芦素片还可用于治疗原发性肝癌,对改善临床症状、消除肝痛、缩小瘤体、延长生存期、恢复体力等均有满意疗效,且无一般化疗药物的毒副作用。

我院生产的葫芦素及葫芦素片采取科学的提取有效成分的方法及制备工艺,确保有效成分含量,采用先进的仪器分析方法控制质量保证了临床疗效。葫芦素含量:总葫芦素80%以上;葫芦素B60%

以上。葫芦素片含量:葫芦素 0.1mg/片 。

用法与用量:口服,治肝炎:每日3次,每次2~3片;治肝癌:每日3次,每次2~4片,极量6片。3个月为一疗程。

欲购葫芦素粉、葫芦素片、葫芦素B对照品者请来来电函联系。

生产批准文号:葫芦素(1987)津卫药准字第661号;葫芦素片(1987)津卫药准字第662号。

地址:天津市南开区鞍山西道308号国家医药管理局天津药物研究院 邮政编码:300193

电话:(022)7381320转51

电报挂号:9112 联系人:陈永献

· 启 事 ·

本刊刊登新药与新产品介绍;传递科技信息、商品信息、价格信息等一切与中药行业有关的信息。欢迎各单位来函联系,并附有关证明文件(鉴定书、产品证书、单位证明等)。

《中草药》杂志编辑部