

贝母瓜蒌散含量测定的实验研究

广西中医学院(南宁 530001) 甄汉深* 高 岚**

摘 要 采用双波长薄层扫描法测定贝母瓜蒌散中贝母甲素、贝母乙素的含量。该法可以用于贝母瓜蒌散的质量控制。

关键词 贝母瓜蒌散 贝母甲素 贝母乙素 薄层扫描

贝母瓜蒌散为润燥化痰方剂的代表方,出自清代《医学心悟》中^[1],由浙贝母、瓜蒌、花粉、茯苓、橘红、桔梗等中药组成,具有润肺清热,理气化痰之功效,主治肺燥,有痰,咯痰不爽,涩而难出,咽喉干燥等症。方中浙贝母为其主药,而浙贝母的主要有效成分为贝母甲素、贝母乙素。现代研究表明,两者具有祛痰镇咳的药理作用^[2],这与贝母瓜蒌散的功效相一致,因此以贝母甲素、贝母乙素作为本制剂的定量指标有一定的实际意义。作者采用薄层扫描法对其进行测定,效果满意。

1 仪器与材料

仪器:CS-9000 双波长飞点快速薄层扫描仪(日本岛津);PBQI 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);点样用定量毛细管(Drummond Scientific Co USA)。

试剂:硅胶 G(青岛海洋化工厂);贝母甲素、贝母乙素(中国药品生物制品检定所);其余所用试剂均为分析纯。

样品:贝母瓜蒌散(本院研制品)。

原药材:浙贝母、瓜蒌、花粉、茯苓、橘红、桔梗均购自南宁药材站,经鉴定均为 1995 年版中国药典一部所收载的品种。

2 方法

2.1 层析条件:取硅胶 G 加 0.5%CMC-Na (1:3),用自动搅拌器搅匀后铺板(10 cm×20 cm×0.5 mm),室温晾干,于 105℃活化 1

h,置干燥器中备用。展开剂:环己烷-乙酸乙酯-二乙胺(6:4:1),显色剂:稀碘化铋钾试剂。

2.2 对照液制备:分别精密称取贝母甲素、贝母乙素对照品各 5 mg,分别用 95%乙醇溶解后,定容于 5 mL 容量瓶中,各制成 1 mg/mL 的乙醇液。

2.3 样品供试液制备:将贝母瓜蒌散研成粉末过 80 目筛,60℃干燥 6 h,精密称定约 3.4 g,置于 100 mL 具塞的锥形瓶中,精密加入 14%氨水 10 mL 湿润,密闭 30 min,再精密加入提取液〔乙醚-氯仿-95%乙醇(25:8:2.5)〕30 mL,密闭,摇匀,冷浸 48 h。精密吸取上清液 20 mL,水浴挥干溶剂,加氯仿定容至 2 mL,即得样品供试液。

2.4 阴性对照液制备:除浙贝母外,其余按处方比例配制贝母瓜蒌散,称取样品粉末 2.4 g,作为浙贝母的阴性对照,制法同上。

2.5 阳性对照液制备:称取浙贝母粉末约 1 g,制法同上。

2.6 薄层定性:在同一薄层板上分别点上述 5 种溶液,按上述条件展开,展距 13 cm,晾干后于 105℃烘 1 h,喷显色剂后冷风迅速吹干观察,结果对照品对照液与样品供试液、阳性对照液分别在相同 R_f 值位置上均显橙红色的斑点(图 1)。

* Address: Zhen Hanshen, Guangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanning

甄汉深 男,1982 年于广西中医学院药学系本科毕业,获学士学位,继后获硕士学位。现为该院药物分析学科带头人,药物分析教研室主任,副教授;中国药学会广西药物分析分会常委。毕业后一直从事药物分析、中药制剂分析、药品学的教学与科研工作,兼搞中药炮制、鉴定等工作。出版专著三本,正式公开发表学术论文 70 多篇,其中在国家级药学专业杂志公开发表论文 40 多篇。科研成果多次获中国药学会、广西科协的奖励。

** 梧州进出口商品检验局

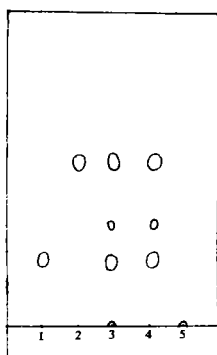


图1 贝母瓜蒌散 TLC 图

1-贝母甲素对照液 2-贝母乙素对照液 3-样品贝母瓜蒌散 4-浙贝母阳性对照液 5-浙贝母阴性对照液

2.7 扫描条件:对上述 R_f 值相同的斑点在 370~760 nm 波长范围内进行光谱扫描,结果贝母甲素、贝母乙素与样品分别在 505 nm、507 nm 波长处有最大吸收,而在 650 nm 波长处吸收较小,故采用:贝母甲素 $\lambda_s=505$ nm, $\lambda_R=650$ nm;贝母乙素 $\lambda_s=507$ nm, $\lambda_R=650$ nm,双波长反射法锯齿扫描。

2.8 线性关系考察:用定量毛细管分别精密吸取贝母甲素、贝母乙素对照液各 1、2、3、4、5 μ L 点于同一薄层板上,按上述条件展开,显色,冷风吹干后,10 min 起扫描测定其峰面积。结果表明,贝母甲素、贝母乙素在 1~5 μ g 之间浓度与峰面积成一条直线,得回归方程贝母甲素: $Y=24003.08X+245.60$, $r=0.9996$;贝母乙素: $Y=27567.6X-1560.67$, $r=0.9992$ 。

2.9 精密度试验:按上述扫描条件,对贝母甲、乙素同一斑点连续扫描 5 次,得峰面积 RSD 分别为 0.52%、0.46%;同一样品在同一薄层板上不同位置点样,测得结果 RSD 分别为 1.23%、1.46% (n 均=5);同一样品在不同薄层板上点样测得 RSD 分别 $\leq 2.38\%$, $\leq 3.48\%$ 。

2.10 稳定性试验:分别取贝母甲素、贝母乙素对照液,按上述条件点样测定,每隔 20

min 测定 1 次,结果表明贝母甲素、贝母乙素斑点峰面积在显色后 2 h 内基本不变 (RSD 分别为 1.98%、1.17%, $n=6$)。

2.11 样品测定:用定量毛细管分别精密吸取样品液 8 μ L,对照液各 2、3 μ L,随行点样,按上述条件测定,用外标两点法计算含量,结果见表 1。

表1 贝母瓜蒌散中贝母甲素、贝母乙素含量

样品批号	贝母甲素		贝母乙素	
	$\bar{x}\%$	RSD%	$\bar{x}\%$	RSD%
950401	0.221	1.67	0.216	1.95
950402	0.218	2.33	0.210	2.47
950408	0.235	1.79	0.240	3.48
950409	0.256	1.03	0.207	1.99
950411	0.183	2.38	0.201	2.32

2.12 加样回收试验:取已测得含量样品,加入一定量贝母甲素和贝母乙素对照品,按上述条件测定,结果贝母甲素平均回收率为 98.2%,RSD 为 1.6%;贝母乙素平均回收率为 98.6%,RSD 为 1.3% ($n=5$)。

3 讨论

3.1 实验结果表明,用本法作为贝母瓜蒌散的定量手段,方法简单、灵敏,重现性较好,测定结果可行。但喷显色剂后,须在 2 h 内扫描完毕,在此期间斑点颜色尚基本稳定。因此冷风迅速吹干斑点后,应用大小相同的干净玻璃板盖上,周边固封后马上扫描测定。

3.2 从薄层定性结果表明,采用本法,阳性对照在显色后与样品和对照品在相同 R_f 值内斑点颜色与位置相一致,而阴性对照无斑点,因此结果的专属性强。笔者认为可以采用本法的薄层定性作为方中浙贝母的定性鉴别手段;而采取薄层扫描法作为方中定量手段。

参考文献

- 1 清·程国彭. 医心悟(卷三),北京:中国书店出版社据上海锦章书局影印,1987. 19
- 2 王文杰. 贝母. 北京:中国医药科技出版社,1990. 204

(1996-10-14 收稿)