

御制平安丹薄层层析鉴别与定量测定研究

厦门中药厂(361009) 吴咏勤*

摘要 对御制平安丹进行了主要成分的薄层层析鉴别,并采用气相色谱法测定该药丁香酚含量。实验证明,该法简便,测定结果稳定,重现性好,可作为该制剂质量控制指标。

关键词 御制平安丹 薄层层析 气相色谱法 苍术 木香 丁香 丁香酚

御制平安丹系清朝宫廷太医院之“大内秘方”,由苍术、陈皮、檀香、沉香等 16 味中药组成的水蜜丸,具有镇静、镇吐、解痉、抑菌、保护胃粘膜等作用。为确保该药的疗效,我们对该药进行了定性、定量分析,探讨质量标准中的鉴别、含量测定问题。

1 仪器与试剂

三用紫外分析仪,岛津 GC-9A 气相色谱仪,C-R3A 数据处理机;对照品均由中国药品生物制品检定所提供;御制平安丹样品由我厂研究所提供;硅胶 TLC 薄层板:取硅胶 G(青岛海洋工厂 TLC 规格)3 g 加 0.7% CMC 水溶液 10 mL 调成糊状,铺于 10 cm~20 cm 玻璃板上,晾干后于 105℃ 活化 0.5 h 备用。其化试剂均为分析纯。

2 苍术的薄层层析鉴别

2.1 供试液的制备:取研细过的样品 0.5 g,加氯仿 5 mL,超声提取 10 min,滤过,滤液浓缩至约 1 mL,作为供试液。

2.2 苍术对照药材液的制备:取苍术对照药材 0.1 g,按供试液的制备方法制成。

2.3 阴性对照液的制备:按处方量除去苍术的阴性对照品,按供试液的制备方法制得。

分别吸取上述 3 种溶液各 10 μ L 点于同一硅胶 G-0.7%CMC 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-苯(7:1.5:1.5)为展开剂^[1],上行展开,展距 10 cm,取出,晾干,喷 5%对二甲氨基苯甲醛的 10%硫酸液,于 105℃ 加热 10 min。供试品色谱中,在与对照药材相应的

位置上显相同颜色的 6 个斑点(图 1A)。阴性对照品色谱相应的位置上无斑点。

3 木香及丁香中丁香酚的薄层层析鉴别

3.1 供试液的制备:取经研细过的样品 9 g,加乙醚 20 mL,浸泡 30 min,时时振摇,滤过,滤液浓缩至 2 mL,作为供试液。

3.2 木香对照药材液的制备:取木香对照药材 0.5 g,按供试液的制备方法制得。

3.3 丁香酚对照品溶液的制备:取丁香酚对照品,加乙醚制成每毫升含 16 μ L 的丁香酚乙醚液,为对照品溶液。

3.4 阴性对照液的制备:取按处方量制备除去木香、丁香的阴性药品 8.5 g,按供试液的制备方法制得。

分别吸取上述 4 种溶液各 5 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-石油醚(60℃~90℃)(2:18)为展开剂^[2],上行展开,展距 12 cm,取出,晾干,喷以 5%香草醛 60%硫酸溶液,于 105℃ 烘约 10 min,供试品色谱中,在与丁香酚对照品相应位置上,显相同颜色的斑点,在与木香对照药材相应的位置上显两个相同颜色的斑点(见图 1-B)。阴性对照品色谱中在与对照药材及对照品相应的位置上无斑点。

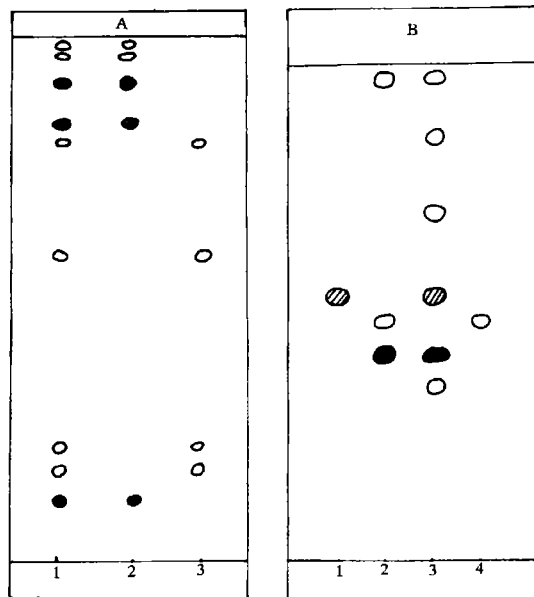
4 丁香酚的含量测定

4.1 色谱条件:3 mm×3 m 不锈钢柱,1.5% OV-17,Shimalite W(AW-DMS)担体;柱温 100℃,3 min 后以 20℃/min 的速率升至 120℃;进样口温度 260℃;检测器

* Address: Wu Yongqin, Xiamen Herbal Medicine Factory, Xiamen

吴咏勤 女,1982 年毕业于中山大学化学系分析化学专业。现任厦门中药厂科研所副所长、工程师。自毕业后一直从事中成药新产品开发、质量标准的制定及检测。发表论文 4 篇。

FID;载气:氮气,流速 50 mL/min;空气及氢气压力均为 0.05 MPa。



A-苍术 1-样品 2-苍术对照药材 3-阴性对照药

B-丁香、木香 1-丁香对照 2-木香对照药材 3-样品 4-阴性对照药

图1 样品薄层图

4.2 内标溶液的制备:取水杨酸甲酯内标物适量,精密称定,加无水乙醇制成 1.50 mg/mL 的溶液,作为内标溶液。

4.3 对照品溶液的制备:取丁香酚对照品适量,精密称定,准确加入内标溶液,制成 1.62 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

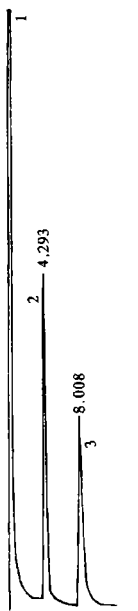
4.4 校正因子测定:吸取对照品溶液 1 μ L,注入气相色谱仪,按上述色谱条件测定,记录色谱图(图 2),计算丁香酚的校正因子 F 为 1.088, $RSD=2.15\%$ ($n=3$)。

4.5 线性关系的考察:精密称取丁香酚对照品 4.86、9.60、15.44、19.40、26.80 mg,置 10 mL 容量瓶中,分别准确加入内标溶液 10 mL,摇匀。吸取各对照品溶液 1 μ L 进样,按上述色谱条件测定,以相应组分峰面积与内标峰面积之比与对应组分浓度进行线性回归,计算得回归方程 $Y=0.3527X-1.01 \times 10^{-3}$, $r=0.9985$,表明丁香酚在 0.486 mg/mL ~ 2.680 mg/mL 范围内具有良好的线性关系。

4.6 稳定性实验:将供试液放置 24、48、96 h,测其丁香酚含量^[3],结果为 1.059、1.103、1.062%,表明丁香酚在该条件下 4 日稳定。

4.7 回收率实验:采用加样回收法。取已知丁香含量的御制平安丹适量,研细,精密称定,再精密添加一定量的丁香酚对照品,准确加入内标溶液 10 mL,振摇数次,放置过夜,吸取上清液 1 μ L 进样,按上述色谱条件测定丁香酚含量,结果回收率为 98.47%, $RSD=1.96\%$ ($n=5$)。

4.8 样品的测定:精密称取经研细的样品 1.7 g,按回收率实验法测定样品中丁香酚的含量,结果见表 1。



峰 1-溶剂
峰 2-水杨酸

甲酯
峰 3-丁香酚

图2 标准品色谱图

表1 样品中丁香酚含量测定结果

批号	970412	970425	970505	970301	970302	970710	970715	970720	970725	970730
丁香酚含量(%)	0.83	0.95	0.78	0.97	1.08	0.87	0.71	0.77	0.95	0.84

我们暂定本品含丁香以丁香酚计不低于 0.5%。

5 小结

5.1 在木香的薄层鉴别中,有 2 个斑点,其中 1 个为特征斑点。

5.2 本文所选丁香酚的定量测定方法简便,无其它组分干扰,重现性好,稳定性强。

参考文献

- 徐礼荣,主编.中草药有效成分分析法.下册.北京:人民卫生出版社,1985
- 中华人民共和国药典.一部.1995:2
- 邱涵,等.福建药学杂志,1992,4(2):25

(1998-02-11 收稿)