

表 1 加酶与未加酶提取小檗碱含量 (%)			
	加酶法	未加酶法	P
I	3. 633	2. 107	
II	3. 663	2. 079	
III	4. 965	3. 020	
IV	4. 424	2. 415	
V	4. 483	2. 953	
VI	4. 2336	2. 5148	< 0. 01

取方法对比,有极显著差异。新工艺只是比原工艺多了一步向其中加入了 0. 25 g纤维素酶,其它各步都是完全平行进行的,因此可以否认由于实验不平行

引起的提取量的差异。通过薄层层析可以看出加酶组提取的成分与未加酶组提取的成分一致,说明酶的加入对所提有效成分没有影响,因此考虑是否将它用于黄连提取的工业化中,能否将其用于其它天然产物的提取,需考虑酶的浓度、底物的浓度、温度、酸碱度、抑制剂和激动剂等对提取物有何影响,有待进一步深入探讨。

参 考 文 献

1 唐得时主编. 中药化学. 北京: 人民卫生出版社, 1996 38

2 李 红,等. 中草药, 1994, 25(3): 6

(1999-6-25收稿)

胃炎康胶囊质量标准研究

江西省药品检验所 (南昌 330046) 钟瑞建* 叶久之

江西婺源制药厂 喻俞俊

摘 要 制订胃炎康胶囊质量标准,对白芍、桂枝进行了薄层色谱鉴别,用薄层扫描法测定了盐酸小檗碱的含量,结果: 平均回收率 98. 6% ($RSD= 1. 9\%$, $n= 6$),标准曲线 $r= 0. 999\ 8$ 重复性 $RSD= 2. 05\%$ ($n= 6$),同板精密度 $RSD= 1. 62\%$ ($n= 6$)。方法稳定、可靠,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 盐酸小檗碱 含量测定 白芍 桂枝 薄层色谱鉴别

胃炎康胶囊由白芍、黄连、桂枝、高良姜、甘草、柴胡组成,功能为舒肝和胃、缓急止痛。主治胃脘疼痛、呕恶泛酸,用于十二指肠溃疡、胆汁返流性胃炎、慢性胃炎等,收载于卫生部颁标准。为了有效地控制其质量,我们对白芍、桂枝进行薄层色谱鉴别,用薄层色谱法测定了小檗碱的含量。

1 仪器与试药

CS-930双波长薄层扫描仪 (日本岛津), SPU-1自动喷雾显色仪 (日本岛津), PBQ-1薄层自动铺板器 (重庆), CQ-250超声波清洗仪,微量毛细管 (美国 Drummond公司)。

白芍对照药材、桂皮醛、盐酸小檗碱对照品均为中国药品生物制品检定所提供;胃炎康胶囊为江西婺源制药厂生产,批号为: 980307, 980312, 980407, 980410, 980411, 980821, 980824, 980826;硅胶为青岛海洋化工厂出品,其它试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

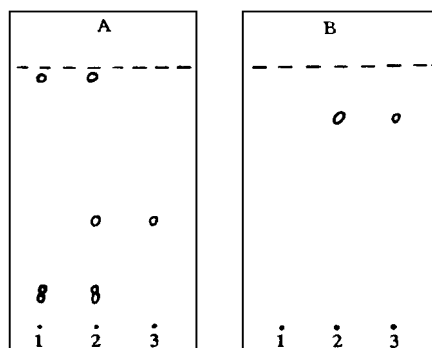
2. 1 白芍鉴别: 取本品 3粒内容物,加无水乙醇 30 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取白芍对照药材

1 g,同法制成对照药材溶液。再按处方取不含白芍的其它药材,按本品工艺及上述供试品制备方法,制成阴性对照溶液。吸取上述供试品和阴性对照溶液各 5 μ L,对照药材溶液 2 μ L,分别点于同一以羧甲基纤维素钠制成的硅胶 H薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸 (5: 4: 1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液,热风吹至斑点显色清晰。供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的紫色斑点, Rf值约 0. 62,而阴性对照无干扰,见图 1-A。

2. 2 桂枝鉴别: 取本品 10粒,倾出内容物,研细,加乙醇 10 mL超声处理 15 min,滤过,滤液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品,加乙醇制成每 1 mL含 1 mg的溶液,作为对照品溶液。另按处方取不含桂枝的其它药材,按本品工艺及上述供试品溶液制备方法,制成阴性对照溶液。吸取上述供试品和阴性对照溶液各 10 μ L,对照品溶液 2 μ L,分别点于同一以羧甲基纤维素钠制成的硅胶 G薄层板上,以石油醚 (60 $^{\circ}$ C~ 90 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯 (17: 3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯肼乙醇试液。供试品色谱

* Address: Zhong Ruijian, Jiangxi Institute for Drug Control, Nanchang

中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的紫红色斑点, R_f 值约 0.78,而阴性对照无干扰,见图 1-B



A. 1 阴性对照 2 供试品 3 白芍对照药材

B. 1 阴性对照 2 供试品 3 桂皮醛对照

图 1 胃康胶囊 TLC 图

3 盐酸小檗碱的薄层扫描测定

3.1 实验条件的选择: 小檗碱的含量测定方法研究较多,我们参照中华人民共和国药典 1995 年版一部以苯 醋酸乙酯 甲醇 异丙醇 水 (6: 3: 1.5: 1.5: 0.3) 为展开剂,进行预分离,结果出现斑点拖尾,改用苯 醋酸乙酯 甲醇 异丙醇 氨水 (6: 3: 1.5: 1.5: 0.3) 为展开剂,分离效果较好,紫外光灯 (365 nm) 下定位,以 366 nm 为激发光波长,直线扫描,结果选用 2 号滤光片可获得最强荧光

3.2 空白实验: 按处方取不含黄连的其它药材,照本品制备工艺和含量测定项下提取、分离、扫描,在小檗碱相同的位置上未见荧光斑点,扫描也未见吸收。

3.3 线性范围考察: 精密称取盐酸小檗碱对照品 4.5 mg,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,吸取 1 mL 于另一 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度。吸取上述对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 μ L,分别点于同一薄层板上,照含量测定项下展开,扫描,测得各斑点峰面积,以点样量和峰面积进行回归处理,得回归方程: $y = 0.4789x + 0.0095$, $r = 0.9998$,点样量在 0.045~0.315 μ g 内与峰面积呈良好的线性关系

3.4 稳定性试验: 吸取供试品溶液 1 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,晾干,扫描测定峰面积,以后每隔 0.5, 1, 2, 3 h 测定一次,将不同时间测得的峰面积经数据处理, $RSD = 1.42\%$,说明斑点在 3 h 内基本稳定

3.5 精密度试验: 吸取供试品溶液分别点 6 个样于同一薄层板上,各点 5 μ L,展开,扫描测定斑点峰面

积,峰面积经数据处理 $RSD = 1.52\%$ 。取供试品溶液分别点于 6 块薄层板上,各点均为 3 μ L,展开,扫描测定斑点峰面积,经数据处理 $RSD = 2.68\%$ 。

3.6 重复性试验: 精密称取同一批号样品 6 份各约 1.5 g,按 3.7 含量测定项下试验,分别测定其含量,测定结果经数据处理 $RSD = 2.05\%$ 。

3.7 样品含量测定: 取本 1.5 g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加入盐酸 甲醇 (1: 100) 约 95 mL, 60 $^{\circ}$ C 水浴中加热 15 min,取出,超声处理 30 min,室温放置过夜,加甲醇稀释到刻度,摇匀,滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.05 mg 的溶液,作为对照品溶液,吸取上述对照品溶液 1, 3 μ L,供试品溶液 2 μ L,分别点于同一以羧甲基纤维素钠制成的硅胶 G 薄层板上,以苯 醋酸乙酯 甲醇 异丙醇 氨水 (6: 3: 1.5: 1.5: 0.3) 为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯 (365 nm) 下检视定位,扫描测定供试品和对照品斑点峰面积,计算含量,结果见表 1

表 1 胃炎康胶囊小檗碱含量 ($n = 3$)

批号	小檗碱含量 (毫克/粒)	$RSD\%$
980307	0.73	1.05
980312	0.98	0.98
980407	0.77	2.14
980410	0.85	1.76
980411	0.91	1.25
980821	0.73	0.84
980824	0.88	1.62
980826	0.84	1.11

3.8 样品回收率: 分别精密称取盐酸小檗碱对照品 6 份,各置 100 mL 量瓶中,再分别精密称取已知含量的样品各置上述量瓶中,加入盐酸 甲醇 (1: 100) 约 95 mL,余照含量测定项下试验,计算回收率,结果平均回收率为 98.6%, $RSD = 1.9\%$

4 小结

采用本方法对胃炎康胶囊进行薄层色谱鉴别,重现性好,我们对样品在不同温度、湿度条件下考察,经近十余批次样品鉴别,均能检出与对照药材或对照品相同的斑点。含量测定具有简便、重现性好、精密度高的优点,8 批样品含量测定结果显示,各批次含量较稳定,为胃炎康胶囊的质量控制提供了有效的方法。

(1999-03-22 收稿)