

薄层扫描法测定正柴胡饮颗粒中芍药苷的含量

李守拙¹,李沈明^{2*}

(1. 承德医学院中药研究所,河北 承德 067000; 2. 承德中药集团有限责任公司,河北 承德 067000)

正柴胡饮颗粒来源于《景岳全书》中的汤剂处方。组成药味有赤芍、柴胡、甘草等,有表散风寒、解热止痛之功,主治外感风寒初起,恶寒、发热无汗,头痛、鼻塞,四肢酸痛等症。赤芍为该汤剂中的主要药味,并且是该处方中唯一具有量效关系的药用成分。为了控制制剂的内在质量,本实验采用薄层扫描法对正柴胡饮颗粒剂中的芍药苷含量进行测定,并收到了预期的效果。

1 试药与仪器

正柴胡饮颗粒为承德中药厂及南通中药厂产品,另外还有3批为低温动态提取、冰冻浓缩的新产品,为本实验室制做的小试样品。高效硅胶G薄层板为烟台化工研究所产品。芍药苷对照品(供含量测定用,购于中国药品生物制品检定所)。日本岛津CS-930双波长薄层扫描仪,瑞士梅特勒AG-245电子分析天平,微量定量毛细管为美国Drummond Scientific Co.产品。试剂均为AR级。

2 实验方法与结果

2.1 供试及对照品溶液的制备:取正柴胡饮颗粒5袋,混合研成细粉,精密称取5g样品,置100mL锥形瓶中,精密加入乙醇50mL,置水浴中回流提取1h,放冷后补足重量,离心,取上清液作为供试品溶液。取芍药苷对照品,加乙醇制成0.82mg/mL的溶液,作为对照品溶液。

2.2 薄层条件:展开剂的选择:经反复多次试验,以氯仿-甲醇(3:1),氨蒸汽饱和条件下展开效果较好,芍药苷的R_f值为0.4,分离良好。

展开温度对分离的影响:用前述相同展开条件,分别在20℃、25℃、30℃下薄层层析,多次试验表明在此温度范围对芍药苷R_f值均无显著影响。

薄层显色条件:3%香草醛硫酸液喷雾后,105℃加热10min显色。

2.3 仪器参数:双波长反射锯齿扫描, $\lambda_s=590\text{ nm}$, $\lambda_R=430\text{ nm}$, $S_X=7$,狭缝 $0.4\text{ mm}\times 0.4\text{ mm}$ 。

2.4 线性范围及回归方程:取浓度为0.82mg/mL的芍药苷对照品液0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 μL 点于

薄层板上,展开,显色后测定,以积分值对点样量绘制标准曲线,计算回归方程为: $Y=0.045X+0.097$, $r=0.997$ 。结果表明,点样量在0.41~3.28 μg 范围内与其峰面积呈线性关系。

2.5 稳定性试验:取对照品溶液点于薄层板上,展开,显色后每隔20min扫描,测定,积分值 $RSD=1.4\%$ ($n=7$)。表明芍药苷斑点在2h内测定基本稳定。

2.6 精密度试验:将同一批号的供试品在同一薄层板上各点样2 μL ,共10个点,展开显色后扫描测定,结果积分值 $RSD=2.1\%$ ($n=10$)。

2.7 干扰因素考察:将不含赤芍的空白正柴胡饮颗粒提取后,与供试品点在同一硅胶G薄层板上,展开显色,在芍药苷斑点对应的R_f值处未发现杂质斑点,测定波长扫描,基本无吸收。

2.8 加样回收率试验:取已知芍药苷含量的供试品各1.5g,共5份,精密称定后各加入不同量的芍药苷对照品,加入50mL乙醇提取后点样,展开,测定,计算得芍药苷平均加样回收率为98.8%, $RSD=4.7\%$ ($n=5$)。

2.9 供试品测定:将供试品及对照品的制备液用2 μL 定量毛细管交替点在同一块薄层板上,用前述方法测定各斑点的峰面积积分值,计算得芍药苷含量。结果见表1。

表1 正柴胡饮颗粒中芍药苷的含量 ($n=3$)

组别	芍药苷 (mg/袋)
承德中药厂产品	25
南通中药厂产品	22
新工艺小试产品	95

3 讨论

根据上述实验结果,用薄层扫描法测定正柴胡饮颗粒中芍药苷是方便、准确、快速的方法,可用于正柴胡饮颗粒的质量控制,也可用于其制剂工艺改革的定量指标。由供试品的芍药苷含量测定结果可以看到,用新工艺生产的小试产品的芍药苷含量均高于50mg/袋,故认为该制剂的工艺有改进的必要,且其芍药苷的含量新标准应不低于50mg/袋。