

3 讨论

海龙是一种名贵的海洋药物,甾体类化合物是其主要的活性成分。但由于甾体类化合物缺少特殊官能团,给其含量测定带来难度。研究根据甾体类化合物的特征显色反应 Liebermann-Burchard 试验,采用分光光度法对总甾体化合物含量进行测定。结果线性、精密度试验、回收率试验均较满意,方法操

作简单,从而为将海龙开发成新药、制定质量标准提供了参考依据

参考文献:

- [1] 吴筱丹,李士敏,曾 苏,等. 海龙体外抗肿瘤活性研究 [J]. 中国中药杂志, 2001, 26(3): 198-200.
- [2] 张朝晖,徐国均,徐珞珊,等. 海龙乙醇提取物的激素样作用 [J]. 中药材, 1995, 18(4): 197-199.
- [3] 余 敏,吴兰如,等. 海洋生物抗衰老作用简报 [J]. 现代应用药学, 1988, 5(4): 9-11.

和胃止痛颗粒的质量控制

刘效栓¹,李鸿彬¹,张玉叶¹,纪向阳¹,郑旭东¹,罗兴平²,王兰霞^{2*}

(1. 甘肃省嘉峪关市酒钢医院,甘肃 嘉峪关 735100; 2. 甘肃省药品检验所,甘肃 兰州 730000)

和胃止痛颗粒是我院研制的治疗急慢性胃肠炎、消化性溃疡的中药制剂,由延胡索、肉桂、当归、白芍、陈皮等 10味中药组成,经多年临床观察,疗效显著。本实验采用薄层色谱法对延胡索、肉桂、当归、白芍、陈皮、香附进行定性鉴别,采用薄层扫描法对延胡索乙素进行了定量分析。

1 仪器与试药

CS-930型薄层扫描仪(日本岛津),定量毛细管(美国 Drummond公司),硅胶 G薄层板(青岛海洋化工厂),各对照品均购自中国药品生物制品检定所,和胃止痛颗粒(批号: 20000721, 20000723, 20000804,酒钢医院提供),所用试剂均为分析纯。

2 处方与制备

2.1 处方:延胡索 170 g,肉桂 140 g,木香 115 g,白芍 115 g,高良姜 115 g,陈皮 90 g,当归 70 g,川芎 25 g,砂仁 45 g,香附 115 g

2.2 制备:处方中的 10味中药,除延胡索、白芍外,其余 8味中药均以水蒸汽蒸馏法提取挥发油,蒸馏后的水溶液及药渣与延胡索、白芍加水煎煮 3次,合并煎液,静置,滤过,滤液浓缩至质量体积比为 1.14 的浸膏,取浸膏 1份,糊精 1份,蔗糖 2份,混和制成颗粒,干燥,喷加挥发油,混匀,密封 24 h即得。

3 定性鉴别

3.1 延胡索的鉴别:取颗粒 10 g,加水 10 mL使溶解,加浓氨试液调至碱性,乙醚提取 3次,每次 20 mL,合并乙醚液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL溶解,作为供试品溶液。取延胡索对照药材 1 g,加甲醇 30 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水溶解,照供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。取延胡索乙素对照品,加甲醇制成 1 mg/mL 的溶液,作

为对照品溶液。吸取上述 3种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G薄层板上,以石油醚(60 $^{\circ}$ C~90 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(2:1.7)为展开剂,置一浓氨试液饱和的层析缸内,展开,取出,晾干,以碘蒸气熏至斑点显色清晰,日光下检视。结果见图 1。

3.2 肉桂的鉴定:取颗粒 10 g,加水 20 mL使溶解,加盐酸调 pH至 2,用乙醚提取 3次,每次 20 mL,合并乙醚液。蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL溶解,作为供试品溶液。取肉桂对照药材 1 g,加无水乙醇 20 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL溶解,作为对照药材溶液。取肉桂酸对照品,加无水乙醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述 3种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以石油醚(60 $^{\circ}$ C~90 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,于紫外灯下检视。结果见图 2。

3.3 当归的鉴定:取当归对照药材 1 g,加无水乙醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照药材溶液。取阿魏酸对照品,加无水乙醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述 2种溶液与 3.2中供试品溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以正己烷-乙醚-冰乙酸(5:5:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,于紫外灯(365 nm)下检视。结果见图 3。

3.4 白芍的鉴定:取颗粒 15 g,加水 20 mL使溶解,用水饱和的正丁醇提取 3次,每次 20 mL,合并提取液。蒸干,残渣加乙醇 1 mL使溶解,作为供试品溶液。取白芍对照药材 0.5 g,加乙醇 20 mL,振摇提取 5 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1 mL使溶解,作为对照药材溶液。取芍药苷对照品适量,加乙醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。吸取上

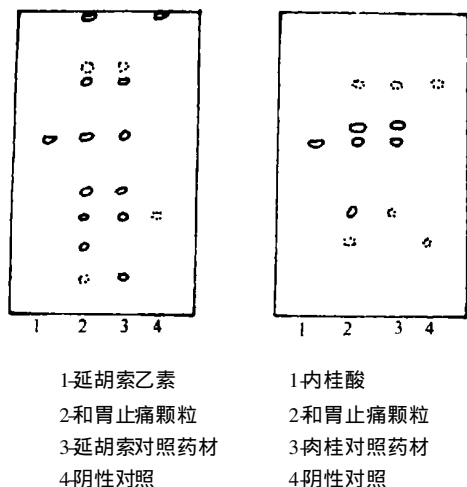


图 1 延胡索 TLC图 图 2 肉桂 TLC图

述 3 种溶液各 $10\mu\text{L}$ 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 ($40:5:10:0.2$) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷 5% 香草醛硫酸溶液,热风吹至斑点显色清晰。结果见图 4

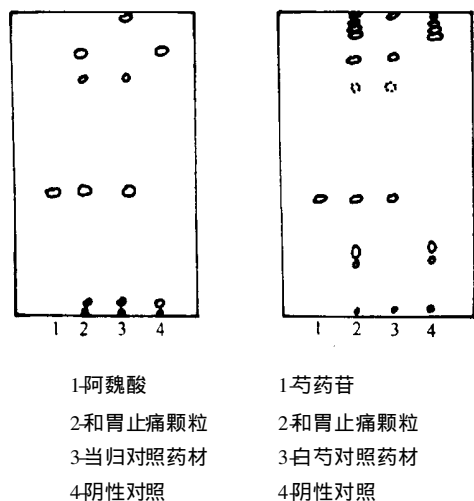


图 3 当归 TLC图 图 4 白芍 TLC图

3.5 陈皮的鉴定:取颗粒 10g ,加水 20mL 使溶解,用乙酸乙酯提取 3 次,每次 20mL ,合并提取液。蒸干,残渣加甲醇 1mL 使溶解,作为供试品溶液。取陈皮对照药材 0.5g ,加甲醇 10mL 加热回流提取 10min ,滤过,滤液浓缩至 1mL ,作为对照品药材溶液。取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 $15\mu\text{L}$,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-丁酮-冰乙酸 ($13:4:4:1$) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷 Al-Cl₃ 试液,置紫外灯 (365nm) 下检视。结果见图 5

3.6 香附的鉴定:取对照药材 1g ,加乙醚 5mL ,浸泡 1h ,不断振摇,过滤,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯 0.5mL 使溶解,作为对照药材溶液。另取 α -香附酮

对照品适量,加乙酸乙酯制成 1mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述 2 种溶液与 3.1 中的供试品溶液各 $10\mu\text{L}$,分别点于同一硅胶 G F_{254} 薄层板下,以石油醚 ($60^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$)-乙酸乙酯 ($15:1$) 为展开剂,展开,取出,晾干,于紫外灯 (254nm) 下检视。结果见图 6

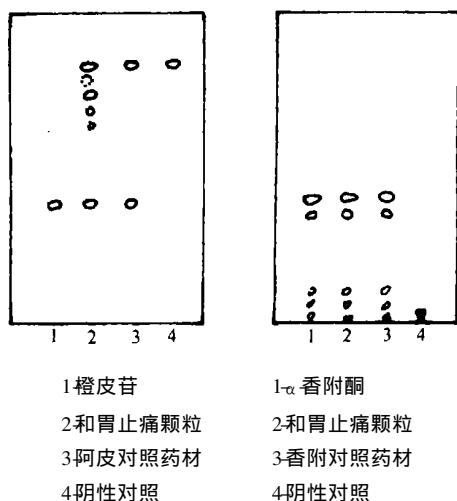


图 5 陈皮 TLC图 图 6 香附 TLC图

4 延胡索乙素的含量测定

4.1 供试品溶液制备:取本品约 30g ,精密称定,加水 20mL 使溶解。用浓氨水调 pH $10 \sim 12$,用乙醚提取 4 次,每次 20mL ,合并提取液,避光回收乙醚,残渣加甲醇 1mL 使溶解,作为供试品溶液。另按处方比例配制缺延胡索的阴性对照,同法制成阴性对照液。

4.2 对照品溶液的制备:取延胡索乙素对照品适量,加乙醇制成 1mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

4.3 层析条件:吸附剂:硅胶 G;展开剂:石油醚 ($60^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$)-乙酸乙酯 ($2:1.7$),用氨蒸汽饱和 15min ;显色剂:碘蒸气。

4.4 扫描条件:根据延胡索乙素的光谱扫描图,选择 $\lambda_s = 340\text{nm}$, $\lambda_R = 370\text{nm}$,狭缝 $0.4\text{mm} \times 0.4\text{mm}$, $S_x = 3$,双波长反射法锯齿扫描。

4.5 工作曲线:精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 mL 点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,取出,晾干,显色,扫描,测定峰面积积分值,以峰面积积分值为纵坐标,延胡索乙素含量为横坐标绘制工作曲线,计算回归方程为: $Y = 52868.09X + 431.42$ ($r = 0.9997$),结果表明延胡索乙素在 $1 \sim 5\mu\text{g}$ 之间有良好的线性关系。

4.6 精密度与稳定性试验:在同一硅胶 G 板上点 6 个相同的对照品溶液,依法测定峰面积积分值,结果

$RSD=2.26\%$ ($n=6$),表明精密度良好。对刚显色的样品斑点每隔一定时间扫描测定吸收度积分值,结果峰面积积分值在显色后 2 h 内变化较大,而在 2 h 后基本无变化。故显色后的样品斑点应放置 2 h,待吸附在薄层板上的碘挥发后再扫描测定吸收度积分值。

4.7 回收率试验:在已知延胡索乙素含量的样品中,精密加入一定的对照品,依法提取,测定,计算回收率,结果平均回收率为 97.62%, RSD 为 2.34% ($n=6$)。

4.8 样品测定:精密吸取样品溶液 $2\mu\text{L}$,对照品溶液 $2\mu\text{L}$,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上。依法展开,取出晾干,显色扫描测定,计算样品中延胡索乙素的含量,结果见表 1。

表 1 和胃止痛颗粒中延胡索乙素含量测定 ($n=3$)

批 号	延胡索乙素 (mg/g)	$RSD(\%)$
20000721	0.021	1.54
20000723	0.019	2.79
20000804	0.024	2.23

5 讨论

含延胡索制剂中延胡索乙素的含量测定方法较多,已报道的有紫外分光光度法、薄层扫描法、高效液相色谱法、薄层紫外分光光度法等^[1~3]。本实验采用薄层扫描法测定,方便简便、快速,结果准确、可靠,可很好地控制制剂的质量。

显色后的薄层板,由于吸附在薄层板上的碘的挥发,峰面积积分值在 2 h 内很不稳定。室温下放置 2 h 挥去薄层板上的碘后测定,也可在烘箱中于 100℃ 烘烤 5 min 后测定,斑点吸收度积分值稳定,可节省时间。

参考文献:

- [1] 张桂燕,王咏梅,王德军,等.薄层扫描法测定沉香舒气丸中延胡索乙素含量[J].中成药,1992,14(2):13-15.
- [2] 王义海,周长征.氧化铝薄层扫描法对胃特灵片中延胡索乙素的含量测定[J].药物分析杂志,1990,10(4):239-240.
- [3] 王东,宁雅君,伍雪涛,等.用 HPLC 法测定夏天无制剂中原阿片碱和延胡索乙素的含量[J].药物分析杂志,1991,11(5):296-298.

双波长薄层扫描法测定金黄膏中姜黄素的含量

林 宏,徐 莲*

(天津儿童医院 药剂科,天津 300074)

金黄膏是我院临床应用多年的外用制剂,具有清热解毒、散瘀消肿之功,治疗疮疡肿毒丹毒流注、跌打损伤等疗效显著。本研究采用双波长薄层扫描法对其中的主药姜黄中的姜黄素进行了定量分析,效果令人满意。

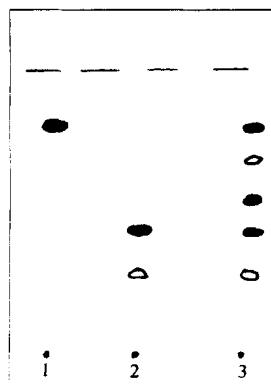
1 仪器与试药

日本岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪,高效硅胶板(青岛海洋化工厂),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层层析:取金黄膏 2 g,加水 20 mL 在水浴上熔化后用氯仿萃取 3 次,每次 10 mL,合并氯仿液后浓缩移至 10 mL 容量瓶中,氯仿定容。取 $10\mu\text{L}$ 点于高效硅胶板上,以氯仿-甲醇-甲酸(96:3:1)为展开剂,展距 10 cm,取出晾干,紫外灯下姜黄素为黄色斑点, $R_f=0.81$ (图 1)。

2.2 扫描波长的选择:取姜黄素对照品用氯仿溶解制成 1 mg/mL 的溶液,取 $2\mu\text{L}$ 点于高效硅胶板上,



1 姜黄素对照品 2 阴性对照 3 金黄膏样品

图 1 TLC 图

用上述方法层析展开后,在可见光 370~700 nm 范围内对斑点直接扫描。结果表明:其在 425 nm 处有最大吸收,而阴性对照液无吸收,所以以 425 nm 为测定波长,560 nm 为参比波长。

2.3 标准曲线的制备:精密称姜黄素对照品适量,用氯仿溶解后制成 0.15 mg/mL 的对照溶液,用定量毛细管分别吸取 1, 2, 3, 4, 5 μL 对照品溶液,点于高效硅胶板

上,以氯仿-甲醇-甲酸(96:3:1)为展开剂,展距 10 cm,取出晾干,可见光下呈黄色斑点。将层析后的薄层置扫描仪中对斑点直接定位扫描。条件:反射法锯齿扫描,线性参数 $S_x=1$,灵敏度:中等;狭缝宽度: