

抗肝纤胶囊的薄层色谱鉴别

★ 邹浪 张文然 黄晓巧 (江西中医学院附属医院 南昌 330006)

关键词: 抗肝纤胶囊; 薄层色谱法; 质量标准

中图分类号: R 284.1 **文献标识码:** B

抗肝纤胶囊是我院自制的纯中药制剂,由黄芪、黄精、片姜黄、山楂、白术、紫河车等中药制成,具化瘀散结,解毒护肝之功效,用于治疗慢性肝炎(肝纤维化),临床疗效确切。为了控制其质量,本文采用薄层色谱法对方中的主要药物黄芪、姜黄、山楂、白术进行定性鉴别,获得较满意的结果。

1 仪器与药物

1.1 仪器

紫外线分析仪(上海康华生化仪器制造厂);层析缸,玻璃板(5 cm × 10 cm)。

μg 范围内具有良好线性关系。

2.8 稳定性试验 取本品(批号:20080301),依供试品溶液制备方法制成供试品溶液,精密吸取此供试品溶液 20 μl,依色谱条件分析,测定峰面积,每隔一定时间进样测定一次,在放置 8 小时内,峰面积基本一致。表明橙皮苷的 50% 甲醇溶液在放置 8 小时内稳定。

2.9 精密度试验 精密吸取橙皮苷对照品溶液(29.6 μg/ml)20 μl,重复进样 5 次,测定峰面积,橙皮苷峰面积积分值的相对标准偏差小于 2%,表明此法精密度良好。

2.10 重复性试验 分别取同一批蛇胆陈皮胶囊样品(批号 20080301)5 份,按正文中含量测定项下方法试验,测定橙皮苷的含量。样品中橙皮苷含量的相对标准偏差为 1.13%,表明此法重现性良好。

2.11 加样回收试验 采用加样回收法。取同一批已知含量的蛇胆陈皮胶囊(批号:20080301,含量 4.3 mg/g)精密称取样品 0.25 g 各 5 份,分别定量加入橙皮苷对照品适量,按正文中含量测定项下方法测定橙皮苷的含量。平均回收率为 98.9%,RSD (%) 为 1.96,表明此法回收率良好。

1.2 药物与试剂

硅胶 G(青岛海洋化工厂);抗肝纤胶囊(医院自制);黄芪甲苷(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 黄芪的鉴别

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷 3.9 mg 加甲醇 5 ml,配制成 0.78 mg/ml 的标准品对照溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 称取抗肝纤胶囊内容

2.12 样品含量测定及限量规定 取本品 5 批,依法测定橙皮苷含量,结果见表 1。

表 3 5 批蛇胆陈皮胶囊样品含量测定结果

批号	橙皮苷含量/mg·g ⁻¹
20070501	2.9
20070602	2.5
20071201	3.8
20080201	3.1
20080301	4.3

由于不同产地及来源的陈皮中橙皮苷的含量有高低,结合以上 5 批样品中橙皮苷的含量测定结果,暂将本品中橙皮苷(C₂₈H₃₄O₁₅)的含量定为每克不得低于 2.5 mg,即每粒(0.3 g)不得低于 0.75 mg。

3 结论

蛇胆陈皮胶囊是由蛇胆汁、陈皮(蒸)两味药组成,因方中蛇胆汁处方量小,其中成份牛磺胆酸钠含量也小;而陈皮(蒸)主含橙皮苷,故采用高效液相色谱法对橙皮苷作了含量控制,方法简便、灵敏、专属性强,可以作为控制本品质量的方法。

(收稿日期:2008-07-23)

物 5 g, 甲醇回流, 回流液置于蒸发皿中, 水浴挥尽甲醇后, 加水 20 ml 溶解残渣, 加于中性氧化铝柱 (100 ~ 200 目, 5 g, 内径 10 ~ 15 mm) 用 40 % 甲醇 100 ml 洗脱, 收集洗脱液蒸干。残渣加水饱和的正丁醇 10 ml 萃取 2 次, 每次 10 ml。再用水洗 2 次, 每次 10 ml。收集正丁醇液, 水浴蒸干。残渣加甲醇 2 ml 使溶解, 作为供试品。

2.1.3 阴性对照液的制备 取不含黄芪的本处方药材, 按制备工艺制成胶囊, 再按供试液制备法制成阴性对照溶液。

2.1.4 薄层层析 照薄层色谱法实验, 分别吸取上述对照品液、供试液和阴性对照液各 10 μ l, 点于同一硅胶 G 板上, 以氯仿-甲醇-甲酸 (20: 7: 1) 为展开剂展开, 取出晾干, 并喷以 10 % 硫酸乙醇液为显色剂, 在 105 $^{\circ}$ C 下加热 5 分钟, 至斑点显现并置 365 nm 紫外灯下检视。

2.1.5 结果 在与对照品色谱相应位置上, 供试液色谱显相同的棕色斑点及荧光斑点而阴性对照液则无。

2.2 姜黄的鉴别

2.2.1 对照品溶液的制备 取姜黄标准药材约 5 g, 加入无水乙醇 20 ml 浸渍, 振摇, 放置约 30 分钟, 滤过。滤液置蒸发皿中蒸干, 残渣加无水乙醇 2 ml 使溶解, 作为供试品。

2.2.2 供试品溶液的制备 取抗肝纤胶囊内容物约 5 g, 按对照品溶液的制备方法同样制成供试液。

2.2.3 阴性对照液的制备 取不含黄芪的本处方药材, 按制备工艺制成胶囊, 再按供试液制备法制成阴性对照溶液。

2.2.4 薄层层析 照薄层色谱法实验, 吸取分别吸取上述对照品液、供试液和阴性对照液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以氯仿-甲醇-甲酸 (10: 7: 1) 为展开剂展开, 取出晾干, 置 365 nm 紫外灯下检视。

2.2.5 结果 在与对照药材色谱及对照色谱相应位置上, 供试液色谱均显相同的亮黄色荧光斑点, 而阴性对照液则无。

2.3 山楂的鉴别

2.3.1 对照品溶液的制备 取山楂标准药材约 2 g, 用乙酸乙酯 10 ml 浸渍, 振摇提取, 放置约 15 分钟, 滤过。滤液置蒸发皿中蒸干, 残渣加甲醇 2 ml 使溶解, 作为供试品。

2.3.2 供试品溶液的制备 取抗肝纤胶囊内容物约 3 g, 按对照品溶液的制备方法同样制成供试液。

2.3.3 阴性对照液的制备 取不含黄芪的本处方药材, 按制备工艺制成胶囊, 再按供试液制备法制成阴性对照溶液。

2.3.4 薄层层析 照薄层色谱法实验, 分别吸取上述对照品液、供试液和阴性对照液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以环己烷-氯仿-乙酸乙酯-冰醋酸 (20: 5: 8: 0.8) 为展开剂^[1]展开, 取出晾干, 并喷以 10 % 硫酸乙醇液为显色剂, 在 105 $^{\circ}$ C 下加热 5 分钟, 至斑点显现并置 365 nm 紫外灯下检视。

2.3.5 结果 在与对照药材色谱及对照色谱相应位置上, 供试液色谱均显相同的棕色斑点及橙红色荧光斑点, 而阴性对照液则无。

2.4 白术的鉴别

2.4.1 对照品溶液的制备 取白术标准药材约 1 g 用石油醚 20 ml 浸渍, 振摇提取, 滤过。滤液置蒸发皿中静置挥干溶剂, 残渣加甲醇 2 ml 使溶解, 作为供试品。

2.4.2 供试品溶液的制备 取抗肝纤胶囊内容物约 5 g, 按对照品液的制备方法同样制成供试液。

2.4.3 阴性对照液的制备 取不含黄芪的本处方药材, 按制备工艺制成胶囊, 再按供试液制备法制成阴性对照溶液。

2.4.4 薄层层析 照薄层色谱法实验, 吸取分别吸取上述对照品液、供试液和阴性对照液各 10 μ l, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以石油醚 (60 ~ 90 $^{\circ}$ C) - 乙酸乙酯 (50: 1) 为展开剂^[2]展开, 取出晾干, 并喷以 10 % 硫酸乙醇液为显色剂, 在 105 $^{\circ}$ C 下加热 5 分钟, 至斑点显现并置 365 nm 紫外灯下检视。

2.4.5 结果 在与对照药材色谱及对照色谱相应位置上, 供试液色谱均显相同的棕色斑点及荧光斑点, 而阴性对照液则无。

3 讨论

在抗肝纤胶囊的黄芪薄层色谱实验中, 因本制剂中药味较多, 色谱中背景色带深, 斑点拖尾严重。经反复实验, 采取上中性氧化铝柱, 用甲醇洗脱除去杂质, 结果斑点圆整, 分离度较好。

文中四种薄层鉴别方法简单, 结果稳定, 重现性好, 可用于抗肝纤维药的质量控制。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典, (一部) [S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 568.
- [2] 谢培山. 中药薄层色谱彩色图集 [M]. 广东: 广东科技出版社, 1993: 37.

(收稿日期: 2008-09-10)