

五痹冲剂中粉防己碱和甘草酸的分析

浙江省中药研究所(杭州310004) 余 琪 杨苏蓓 李 榕 李晨飞*

提要 以甘草酸和粉防己碱作为五痹冲剂的定性定量指标,进行质量标准的研究,确定以甘草酸作为制剂的定量指标。

五痹冲剂由《太平惠民和济局方》中的“五痹汤”而来,由羌活、白术、姜黄、防己、甘草组成,具有治疗寒症的风湿痹痛的功效。我所已将其制成小剂量无糖型冲剂。现就其中二种成分粉防己碱、甘草酸作了分析。

一、实验材料及仪器

粉防己碱(d-Tetrandrine)标准品、甘草酸(Glycyrrhizic acid)标准品:卫生部药品生物制品检定所。

薄层板:硅胶GF₂₅₄ 35g,加0.4% CMC-Na 100 ml,铺成5×20 cm薄板,105℃活化1小时,干燥器中备用。

展开剂: I:90%乙醇:正丁醇:3M氨水(6:2:2)。II:氯仿:丙酮:甲醇:25%氨水(40:6:4:0.2)。

751G可见一紫外分光光度计:上海分析仪器厂。

二、样品的制备

样品 I:精密称取五痹冲剂3g,加入M/2盐酸50 ml,磁力搅拌器上搅拌15分钟,静置、过滤。沉淀加50%乙醇50 ml,用5%碳酸氢钠溶液调至pH 7,回流2小时,反复两次,放冷、过滤、滤液置水浴上蒸干,用50%乙醇定容至25 ml,备用。

样品 II:精密称取五痹冲剂6g,加25%氨水6滴,放置1小时,再加100 ml氯仿,于索氏提取器中提取4小时,回收氯仿至

干,冷却后用无水乙醇定容至2 ml,备用。

三、定性分析

(一) 甘草酸的薄层定性^[1]

样品 I 及甘草酸单铵盐标准品点样于薄层板上,展开剂 I 作近垂直展开,约4小时,于紫外分析仪下确定斑点,结果标准品和样品均在 R_f 值约0.65处显相同颜色斑点,见图 1(I)

(二) 粉防己碱的薄层定性^[2]

样品 II 及粉防己碱标准品点样于薄层板上展开剂 II 作近垂直展开,约2小时,紫外分析仪下确定斑点位置,结果在相同 R_f 值处标准品与样品 II 具有相同斑点,见图 1(II)

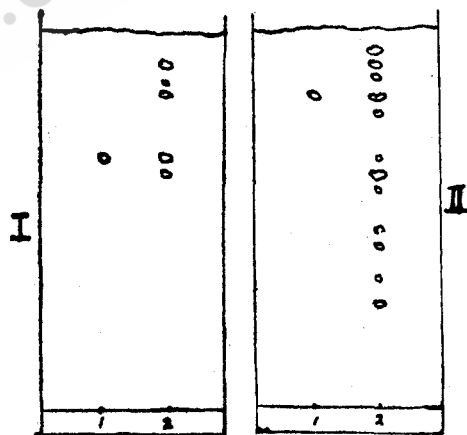


图1 甘草酸与粉防己碱薄层层析图
I. 1. 甘草酸单铵盐标准品 I. 1. 粉防己碱标准品
2. 样品 I 2. 样品 II

*江西中医学院中药系89届实习生。

四、定量分析

(一) 甘草酸的定量^[1]

1. 标准曲线的绘制 精密称取甘草酸单铵盐标准品10 ml, 置50 ml 容量瓶中, 50%乙醇溶解并稀释至刻度。精密量取0.6、1.2、1.8、2.4、3.0 ml, 分别置于10ml 容量瓶中, 50%乙醇稀释至刻度。以50%乙醇为空白, 751G分光光度计在252 nm 波长处测得光密度, 绘制标准曲线, 求得回归方程为 $A = 0.0122C + 0.05$, 相关系数 $r = 0.9996$ 。

2. 供试品含量测定 微量注射器吸取样品 I 100 μ l, 点样于薄层板上, 展开剂 I 作近垂直展开, 约 4 小时, 紫外分析仪下确定甘草酸斑点并刮下, 以不显荧光部分作对照, 刮取物中精密加入 5 ml 50% 乙醇, 充分混合, 离心, 上清液于 252 nm 处测定光密度, 计算, 结果见表 1。

表 1 不同批号五痹冲剂甘草酸含量

批 号	样品重	A	含 量 (%)
890217	2.9901	0.300	1.030
890513	2.9883	0.300	1.016
890526	3.0026	0.337	1.132

(二) 粉防己碱的定量^[2,3]

1. 标准曲线的绘制 精密称取粉防己碱 10 mg, 置 50 ml 容量瓶中, M/10 盐酸溶解并稀释至刻度。精密吸取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 ml 分别置于 10 ml 容量瓶中, M/10 盐酸加至刻度。以 M/10 盐酸为空白, 280 nm 处测光密度, 得回归方程 $A = 0.01191C + 0.0117$, 相关系数 $r = 0.9995$ 。

2. 供试品含量测定 吸取样品 II 100 μ l,

点样于薄层板上, 展开剂 II 作近垂直展开, 紫外分析仪下确定粉防己碱斑点, 刮下斑点, 以不显色的相应部位作对照, 刮取物中加 5 ml M/10 盐酸溶解, 充分混匀, 离心, 上清液于 280 nm 处测光密度, 计算, 结果见表 2。

表 2 不同批号五痹冲剂粉防己碱的含量

批 号	重 量	A	平均含量 (%)
890217	6.0002	0.098	0.0119
	6.0002	0.095	
	5.9927	0.127	
890513	6.0316	0.092	0.0137
	5.9416	0.165	
890516	5.9406	0.095	0.0182

五、讨论

经薄层层析显示, 五痹冲剂中有甘草酸和粉防己碱的存在。进一步定量分析用分光光度法在 252 nm 波长处测得甘草酸的吸收, 得甘草酸的含量为 1% 左右, 此法测定甘草酸方便易行, 整个测定过程较为稳定, 是一较理想的测定方法。但粉防己碱的含量较低, 测定时不甚稳定, 同一批号测得结果常常相差较大, 故不适于作为五痹冲剂的定量指标。通过以上分析, 我们认为粉防己碱的薄层层析和甘草酸的光密度测定分别可作为五痹冲剂定性和定量标准的参考。

参 考 文 献

- [1] 李云谷等, 中成药研究, 1983; (6):13
- [2] 杨义方, 中草药, 1985; 16(6):41
- [3] 施大文等, 上海第一医学院学报, 1984; 11(4)