

几种含苦玄参的中成药定性定量研究

陈 勇(南宁 530001 广西中医学院药学系)

摘要 目的:建立含苦玄参的几种中成药质量控制方法。方法:用薄层层析法对制剂中苦玄参进行定性鉴别,用薄层扫描法测定其中苦玄参苷 I A 的含量。结果:线性范围 $2.4 \sim 7.2 \mu\text{g}$ 。平均回收率为 97.9%,RSD 为 1.8%。结论:该方法简便、准确,可作为该类制剂的质量控制方法。

关键词 苦玄参;苦玄参苷 I A;炎肿化毒片;炎见宁片;妇炎净胶囊;薄层扫描法

Study on qualitative and quantitative for some Chinese traditional patent medicines have *Picria fel-tarrae*

Chen Yong(Chen Y) (Department Pharmacy Guangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanning 530001)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To make the quality standard to control some Chinese traditional patent medicines that contain *Picria fel-tarrae*. **METHODS:** *Picria fel-tarrae* were identified by TLC. The contents of *picfelterraenin I A* were determined by TLCS. **RESULTS:** The linear range was $2.4 \sim 7.2 \mu\text{g}$. The average recovery was 97.7%, RSD = 1.8%. **CONCLUSION:** The method is simple, accurate, and can be used for quality control of these preparations.

KEY WORDS *Picria fel-tarrae*, *picfelterraenin I A*, Yanzhonghuadu tablets, Yanjianning tablets, Fuyanjin capsules, TLC-scanning

苦玄参 *Picria fel-tarrae* Lour 为玄参科苦玄参属植物,又名苦草、蛇总管。主要分布于广西、广东及云南等地,在广西民间作为药用已有很长历史。苦玄参具有清热解毒、凉血消肿的功效^[1]。苦玄参主要有效成分为四环三萜苷类,其中以苦玄参苷 I A 和 I B 为主^[2]。目前在广西以苦玄参为主药制成的制剂主要有:炎肿化毒片、炎见宁片、妇炎净胶囊、万通炎康片及其口含片等。本文对炎肿化毒片、炎见宁片和妇炎净胶囊中的苦玄参进行薄层鉴别,并分别测定其中苦玄参苷 I A 的含量。

1 仪器与试剂

CS-9000 双波长薄层扫描仪(日本岛津);PBQ-I 型自动薄层铺板器(重庆);ZF-I 型三用紫外分析仪(上海);定量点样毛细管(USA Drummond Scientific Co.)。

炎肿化毒片(原南宁市中药厂);炎见宁片和妇炎净胶囊(广西梧州制药集团公司);苦玄参苷 I A(广西植物研究所桂仁教授提供,经薄层层析多种展开系统检视,仅显一个斑点,用反相高效液相色谱测定纯度在 98.0% 以上);苦玄参对照药材经鉴定为苦玄参

Picria fel-tarrae Lour 的干燥地上部分;硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂);所用试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 供试品溶液制备 分别取炎肿化毒片、炎见宁片各 10 片;妇炎净胶囊内容物 2g,加甲醇适量浸泡过夜,滤过,滤液水浴浓缩至约 2ml 即得。

2.2 苦玄参对照药材溶液制备 取苦玄参对照药材粉末约 2g,按上述方法制备即得。

2.3 苦玄参苷 I A 对照品溶液制备 取苦玄参苷 I A 对照品适量,加甲醇适量使溶解制成浓度约 1mg/ml 溶液。

2.4 缺苦玄参阴性对照液制备 按各自处方比例除去苦玄参药材,依 2.1 方法制成模拟各自缺苦玄参阴性对照液。

2.5 薄层层析 分别吸取上述各种供试液 5 μl ,相应的缺苦玄参阴性对照液 5 μl ,另取苦玄参对照药材溶液 5 μl ,苦玄参苷 I A 对照品溶液 3 μl ,点样于同一块硅胶 GF₂₅₄ CMC-Na 层析板上(10 $\times$ 20cm,厚 0.3mm,105 $^{\circ}\text{C}$ 活化 1h),以氯仿-甲醇(4:1)展开,展距 10cm,取出晾干,

置紫外灯下(254nm)观察,各供试品溶液色谱在与苦玄参对照药材溶液色谱相应位置上显两个相同暗紫色斑点;在与苦玄参苷 I A 对照品溶液色谱相应位置上显一个相同的暗紫色斑点。再以醋酐-硫酸(9:1)喷雾显色,105℃烘约 5min,各供试品溶液色谱在与苦玄参对照药材及苦玄参苷 I A 对照品色谱相应位置上显相同紫红色斑点,结果见图 1。曾试用硅胶 G CMC-Na 层析板,以苯-醋酸乙酯-甲醇(2:1:1)等展开系统,10%硫酸乙醇溶液等显色剂喷雾显色,效果均不理想。

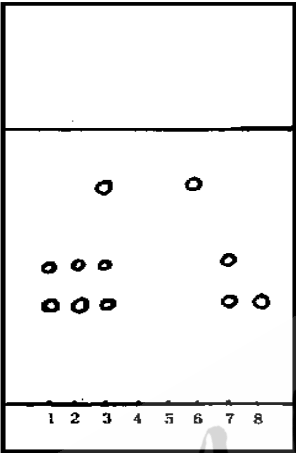


图 1 苦玄参 TLC 色谱图(紫外灯 254nm 下检视)
1 - 炎肿化毒片供试品溶液;2 - 炎见宁片供试品溶液;3 - 妇炎净胶囊供试品溶液;4 - 缺苦玄参炎肿化毒片阴性对照液;5 - 缺苦玄参炎见宁片阴性对照液;6 - 缺苦玄参妇炎净胶囊阴性对照液;7 - 苦玄参对照药材溶液;8 - 苦玄参苷 I A 对照品溶液

3 含量测定

3.1 苦玄参苷 I A 标准曲线制备 精密称取置干燥器中干燥的苦玄参苷 I A 对照品 12.0mg,置 10ml 量瓶中,加甲醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。用定量点样毛细管分别吸取此对照品溶液 2.0,3.0,4.0,5.0 和 6.0 μ l,点于同一块硅胶 GF₂₅₄ CMC-Na 层析板上,以氯仿-甲醇(4:1)展开,展距 10cm,取出晾干,在紫外灯下(254nm)检视定位,经光谱扫描确定扫描条件为: $\lambda_S=270nm$, $\lambda_R=350nm$,SX=3,反射式锯齿形扫描。按上述扫描条件分别测定各斑点面积值,以斑点峰面积值为纵坐标,点样量(μ g)为横坐标,绘制标准曲线,并求出回归方程为: $Y=3795x+345$, $r=0.9995$ 。结果表明点样量在 2.4~7.2 μ g 间与峰面积值呈良好的线性。

3.2 精密度试验与稳定性考察 分别测定在同一块薄层板上和 5 块不同薄层板上,相同点样量(5 μ l)的苦玄参苷 I A 斑点面积值,RSD 分别为 0.82%和 1.23%

($n=5$),表明精密度良好。并对同一个测定斑点每隔 30min 扫描测定一次,表明斑点面积值在 8h 内保持稳定。

3.3 样品测定 分别取炎肿化毒片、炎见宁片各 10 片,除去糖衣,研细,精密称定。另取妇炎净胶囊内容物粉末约 2g,精密称定。分别将上述样品置索氏提取器中,加乙醚适量回流提取 4h,弃去乙醚液,残渣加甲醇 100ml 回流提取至提取液近无色,回收溶剂,水浴挥干,残渣加无水乙醇适量使溶解,定容于 5ml 量瓶中。分别吸取上述各样品溶液 5 μ l,苦玄参苷 I A 对照品溶液 3 和 4 μ l,点样于同一块硅胶 GF₂₅₄层析板上,按标准曲线制备项下条件进行测定,以外标二点法计算各样品中苦玄参苷 I A 含量,结果见表 1。

表 1 苦玄参苷 I A 含量测定结果/ $n=6$

样 品	批 号	平均含量/ $\bar{x}$, %	RSD/ %
炎肿化毒片	920430	0.63	2.7
	920502	0.65	2.1
	930320	0.71	1.7
炎见宁片	950505	0.36	2.5
	950703	0.33	2.3
	950805	0.37	3.5
	931019	0.11	3.7
妇炎净胶囊	940820	0.10	1.8
	940826	0.12	3.6

3.5 重复性试验 精密称取同一批号样品 6 份,按 3.4 样品测定项下条件,分别测定含量,结果编号为 1,2,3,4,5 和 6 的含量分别为 0.35%,0.34%,0.37%,0.35%,0.36%和 0.36%, $\bar{x}$ 为 0.36%,RSD 为 2.9%。

3.6 加样回收试验 精密称取已知含量的样品 5 份,精密加入一定量的苦玄参苷 I A 对照品溶液,按样品测定项下方法进行测定,结果见表 2。

表 2 加样回收率测定结果/ $n=5$

编号	原有量/ mg	加入量/ mg	测得/ mg	回收率/ %	$\bar{x}$ %	RSD/ %
1	1.12	1.20	2.30	98.3		
2	1.12	1.20	2.29	97.5		
3	1.12	1.20	2.27	95.8	97.9	1.8
4	1.12	1.80	2.93	100.6		
5	1.12	1.80	2.87	97.2		

4 讨 论

4.1 炎肿化毒片、炎见宁片和妇炎净胶囊均以苦玄参为主药,具有清热解毒、消肿止痛、祛湿等功效,用于上呼吸道感染、妇科炎症及疮疖等症,因此测定其中苦玄参苷 I A 含量,对控制上述制剂的内在质量有一定实际

意义。

4.2 炎肿化毒片主要由苦玄参、肿节风等组成;炎见宁片的组成主要有苦玄参、毛冬青和广防己等;妇炎净胶囊为《中国药典》1995年版一部收载的新药^[3],主要由苦玄参、地胆草、当归、鸡血藤和两面针等药味组成。笔者除对苦玄参作定性定量研究之外,还对上述制剂中的肿节风、毛冬青及广防己等药味作过 TLC 鉴别,效果尚可。

4.3 本法简便、准确,可作为含苦玄参中成药的质量

控制方法之一。

参考文献

- 1 广西壮族自治区卫生厅编.广西中药材标准.1990年.南宁:广西科技出版社,1992:225.
- 2 成桂仁,金静兰,文永新,等.苦玄参的化学成分研究Ⅷ、苦玄参苷 I A 和 I B 的结构.化学学报,1985,43(4):374.
- 3 中国药典.1995:91.

收稿日期:1998-07-24