

香连片中小檗碱含量测定的实验研究

甄汉深 张丽梅* 陈勇 秦鸿飞**

(广西中医学院 南宁 530001)

摘要 采用薄层扫描法测定了香连片中盐酸小檗碱的含量,该法准确、简便、灵敏,并能排除方中其它成分的干扰,可作为该药的质量控制手段。

关键词 薄层扫描 盐酸小檗碱 含量测定 香连片

Experimental Studies on Determination of Berberine Contents in the Xianglian Tablet

Zhen Hanshen, Zhang Limei, Chen Yong and Qin Hongfei

(Guangxi College of Traditional Chinese Medicine Nanning 530001)

* 柳江制药厂 545100

** 融安县长安制药厂 545400

Abstract: Using TLCS, a method was described for determination of berberine hydrochloride contents in Xianglian tablet. The method was accurate simple and sensitive, and no interference of the other compositions in the determination was observed. Therefore, the method for estimating berberine level can be recommended to control the quality of Xianglian tablet.

Key words: TLCS, berberine hydrochloride, determination of contents, Xianglian Tablet

香连片为常用中成药^[1],由盐酸黄连素,制吴茱萸、广木香组成,由香连丸改为片剂而成,具有清化湿热,行气止痛之功效,主要用于痢疾,里急后重,腹痛泄泻等症。其方中盐酸黄连素为主要有效成分。采用双波长薄层扫描法对香连片中盐酸小檗碱含量测定未见有报道。本文采用本法进行测定,只需简单前处理,即可排除片中其它成分及赋形剂的干扰,效果满意,现报道如下。

1 实验仪器和材料

1.1 实验仪器 CS-9000 双波长飞点快速扫描仪(日本岛津);紫外分析仪(254nm, 365nm)(日本岛津);PBQI 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);点样用定容毛细管(Drammond Scientific Co USA)。

1.2 实验材料 硅胶 G(青岛海洋化工厂);盐酸小檗碱对照品(含量 100%)(中国药品生物制品检定所提供);香连片(湖南湘西自治州制药厂);实验所用试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 层析条件 取硅胶 G 加 0.7%CMC-Na(1:3),用电动搅拌器搅匀后,用自动铺板器铺板,规格 10×20cm,厚 0.5mm,晾干,105℃活化 1 小时,置干燥器中备用。

展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2)

2.2 对照液制备 精密称取盐酸小檗碱对照品 25mg,于 25ml 容量瓶中,加甲醇制成 1mg/ml 的甲醇液。

2.3 样品制备 取香连片 5 片,精密称取,求出平均片重后,研成细粉,精密称取片粉约 1g,于索氏提取器中用甲醇回流提取至无色

(约 16 小时),浓缩后定容于 50ml 容量瓶中即得。

2.4 薄层定性 在同一薄层板上分别点盐酸小檗碱对照液和香连片供试液适量,按上述层析条件展开,展距 15cm,晾干后于紫外灯(365nm 或 254nm 均可以)下观察,样品供试液和对照液在相同位置上均显亮黄绿色荧光斑点,详见图 1。

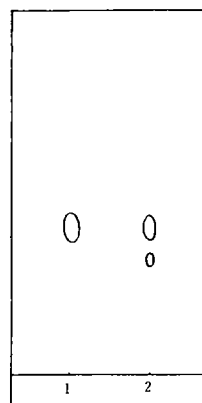


图 1 盐酸小檗碱 TLC 图谱

1. 香连片供试液 2. 盐酸小檗碱对照液

2.5 扫描条件 对上述两者位置相同斑点,在 200~370nm 波长处进行光谱扫描,结果表明两者在 340nm 波长处均有最大吸收,而在 230nm 波长处吸收较小,详见图 2。故采用 $\lambda_S = 340\text{nm}$, $\lambda_R = 230\text{nm}$,双波长反射法锯齿扫描。

2.6 线性关系考察

用定容毛细管精密吸取盐酸小檗碱对照液各 1、2、3、4、5 μl 点于同一薄层板上,按上述条件展开,扫描测定其峰面积,结果见表 1。

表1 盐酸小檗碱标准曲线测定结果

点样量(μl)	1	2	3	4	5
峰面积(A)	58602.050	105903.800	153964.400	197952.400	245317.800

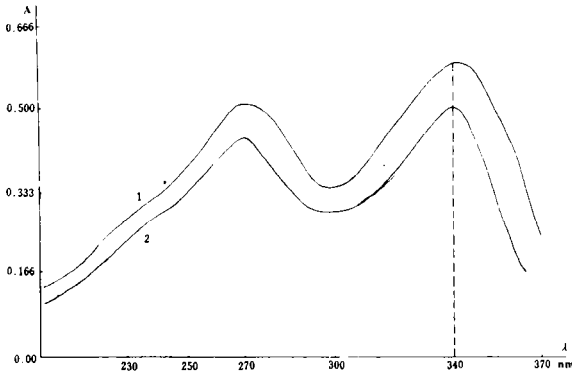


图2 盐酸小檗碱光谱图

1. 盐酸小檗碱对照液 2. 香连片供试液

实验结果表明,盐酸小檗碱在1~5μg 范围内浓度与峰面积线性关系良好。

得回归方程 $Y = 46548.01x + 12704.06$ $r=0.9999$

2.7 精密度试验 同一斑点连续扫描5次,各次测得峰面积的RSD=0.33%,表明仪器重现性良好;同一样品在同一薄层不同位置上点样测得峰面积的RSD=1.60%;同一样品在不同薄层上点样展开后测得峰面积的

RSD≤2.84%。

2.8 稳定性试验 取对照液点样展开,从晾干后15分钟起测定,每隔0.5小时测定一次,直至6小时,面积积分值基本不变(RSD=0.55%,n=12),结果表明盐酸小檗碱至少在6小时内稳定。

2.9 样品测定 精密吸取盐酸小檗碱对照液1μl和2μl;香连片供试液1μl,随行点于同一薄层板上展开,晾干后按上述条件扫描测定,按外标两点法计算,结果见表2。

表2 香连片中盐酸小檗碱含量

样品批号	测定结果(mg/片)			$\bar{X} \pm SD$	RSD%
901001	26.9	26.2	25.9	26.6±0.4	1.68
	27.1	26.7	26.5		
901002	26.6	26.0	26.1	26.4±0.4	1.61
	27.0	26.5	25.9		
901003	26.0	26.3	25.9	25.7±0.5	2.00
	25.9	25.3	24.9		

2.10 加样回收测定 取已测得含量样品,加入一定量盐酸小檗碱对照品,以下操作按样品制备和测定项方法进行,结果见表3。

表3 香连片中盐酸小檗碱加样回收结果

编号	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率	$\bar{X} \pm RSD$
			%	%
1	9.884	9.728	98.42	99.34±1.01
2	9.884	9.789	99.04	
3	9.884	9.780	98.95	
4	9.884	9.807	99.22	
5	9.884	9.989	101.06	

3 讨论

3.1 实验结果表明本法简单、准确、灵敏,重现性好,只需简单提取后,点样展开,就可以把方中盐酸小檗碱与其它成分分开,排除方中其它中药及片中赋形剂的干扰。笔者认为上述方法可以作为控制香连片的质量手段之一。

3.2 样品提取,以提取至提取液无色,残渣另加甲醇浸泡,浓缩后点于薄层板上,展开与对照液对照,在紫外灯下观察,无荧光斑点为提尽,实验结果表明提取16小时即可。

参考文献

[1]冷方南主编 中国基本中成药(一部),北京人民卫生出版社,1988:102