

• 简报 •

双波长薄层扫描法测定消痔 瘰丸中大黄酚的含量

赵志鸿 刘晨江

(河南省医学科学研究所 郑州 450052)

消痔瘰丸是由大黄,僵蚕,水蛭等10味中药组成的纯中药制剂。具有活血祛瘀,消积软坚,化腐生肌,止痛止血之功效。大黄酚是君药大黄的主要有效成分之一,其含量和稳定性直接影响药效,我们采用双波长薄层扫描法测定消痔瘰丸中大黄酚的含量,方法重现性好,简便,灵敏,可靠。现报道如下:

1 仪器与试药 岛津CS-930双波长薄层扫描仪;定量毛细管(Drummond Co. USA);硅胶G薄层预制板(青岛海洋化工厂分厂);大黄酚对照品(中国药品生物制品检定所);消痔瘰丸(洛阳民生制药厂);其他试剂均为分析纯级。

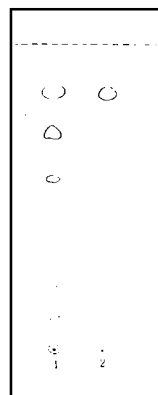
2 样品溶液的制备 取本品细粉25g,精密称定,加丙酮回流提取2次,每次100ml,30min,滤过,滤液合并浓缩后移至25ml量瓶中,加丙酮至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为样品溶液。

3 对照品溶液的制备 精密称取大黄酚对照品,加丙酮制成每1ml中含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。

4 薄层层析与扫描条件 薄层板为硅胶G预制板,展开剂为石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(9:1),上行展开,展距15cm,紫外365nm检视定位,见附图。扫描条件为双波长反射法锯齿扫描, $\lambda_s = 433\text{nm}$, $\lambda_R = 600\text{nm}$,狭缝1.2×1.2mm, SX=3。

5 线性关系考察 取对照品溶液0.5,1,2,3,4 μl 点于同一薄层板上,展开,扫描,以所测得积分值对点样量进行线性回归,回归方

程 $Y = 87393.3X + 1897.3$, $r = 0.9996$ 。线性范围0.25 $\mu\text{g} \sim 2\mu\text{g}$ 。



附图 消痔瘰丸薄层层析图谱

1. 消痔瘰丸样品溶液
2. 大黄酚对照品溶液

6 精密度试验 在同一薄层板上点5个相同量的对照品斑点,展开并扫描,RSD为2.6%。

7 稳定性试验 在薄层板上点2 μl 对照液,展开,间隔一定时间扫描一次,持续5小时,斑点面积值稳定。

附表 消痔瘰丸大黄酚含量测定结果

样品号	含量	
	$\bar{X} \pm \text{SD}(\%)$	RSD(%)
1	7.04 \pm 0.09	1.3
2	7.93 \pm 0.12	1.5
3	7.76 \pm 0.08	1.1

8 回收率试验 采用加样回收试验,测得5

次平均回收率为 97.1%,RSD1.6%。

9 样品测定 取样品溶液 4ul,对照品溶液

2ul、4ul,交替点于同一薄层板上,展开,扫描,以外标两点法计算含量,结果见附表。