

• 简报 •

薄层扫描法测定中药口服液中牛磺酸的含量

刘伟华 (湖北省药品检验所 武汉 430064)

牛磺酸(Taurine)具有消炎、镇痛、解热、镇静等作用,广泛应用和存在于食品、药品中。中药妇宁口服液是治疗妇科疾病和改善女性生理功能的药品,主要由珍珠、河蚌等几味中药组成,实验对其中所含牛磺酸进行含量测定。中成药中牛磺酸的含量测定尚未见报道。实验采用薄层扫描法取得满意结果,该方法可适用于中成药口服液中牛磺酸的检测。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 岛津 CS-930 薄层扫描仪及 DR-2 数据处理器(日本),CAMAG 薄层涂布器(瑞士)。

1.2 试剂 硅胶 G(青岛海洋化工厂),试剂均为分析纯。

1.3 对照品 牛磺酸(武汉制药厂)含量在 99.9%以上。

2 方法与结果

2.1 分析条件

2.1.1 薄层层析条件 自制 0.2%CMC 硅胶 G 薄层板,厚 0.3mm;展开剂:正丁醇-冰醋酸-无水乙醇-水(4:2:1:1);显色剂:茚三酮试液,110℃烘 5~7 分钟显色;层析温度:室温。

2.1.2 薄层扫描条件 在上述薄层层析条件下展开,显色后,牛磺酸的斑点呈红色,对此斑点作光谱扫描,选择测定波长 $\lambda_s = 510\text{nm}$,参比波长 $\lambda_r = 700\text{nm}$,样品牛磺酸斑点与对照品吸收位置完全相同。阴性样品在对照品斑点相应的位置上无干扰斑点。样品、对照品、阴性样品原点至前沿扫描图谱也证明,阴性无干扰(图 1)。

2.2 标准曲线制定 精密称取牛磺酸 10.05mg 至 10ml 量瓶中,加水至刻度为对照品溶液,取该溶液 1 μl 、2 μl 、3 μl 、4 μl 、5 μl 、6 μl 点于同一块薄层板上,按薄层层析条件展开、显色后,按薄层扫描条件测定斑点面积积分值,经回归分析,回归方程为: $Y = 16085.7x + 20070$ $r = 0.9963$ 实验证明在 1.005~6.03 μg 之间线性良好。

2.3 稳定性试检 取对照品溶液点于薄层板上,同条件下展开、显色后,间隔一定时间进行扫描,测定斑点峰面积值,结果在 90 分钟内斑点基本稳定。RSD=2.75%(n=9)。

2.4 精密度试验

2.4.1 同板精密度 定量吸取样品液于薄层板上点 5 次,按实验方法展开、扫描测定斑点峰面积积分值,RSD=0.58% n=5。

2.4.2 异板精密度 定量吸取样品液点于不同薄层板上,按实验方法展开、扫描测定斑点峰面积积分值,RSD=3.1% n=5。

2.5 样品测定 取样品 5ml 于 10ml 量瓶中,加水至刻度,吸取样品溶液 2 μl ,对照品溶液 1 μl 、5 μl 分别交叉点于同一薄层板上,展开,显色后盖上一块同等大小的玻璃板,四周用胶布固定,放冷,按照上述条件扫描,计算含量,结果见表 1。

表 1 样品测定

批号	940326	950108	941127	950113	950407
含量(%)	0.173	0.183	0.192	0.201	0.195

2.6 回收率试验 取已知含量样品,分别加

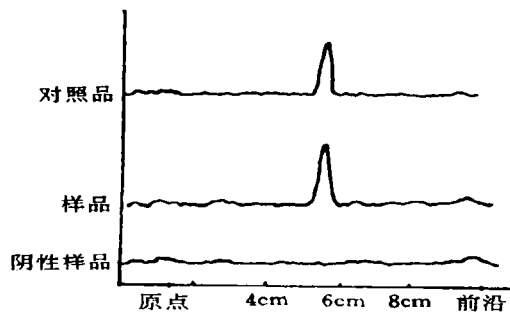


图1 样品、对照品、阴性样品薄层扫描图
 入一定量的牛磺酸对照品,照样品测定方法项下测定含量,计算5次平均回收率为99.0%, $RSD=1.3\%$,表明方法可行。

2.7 重现性试验 取同一批号样品5份,照样品测定项下测定含量,计算结果, $RSD=2.02\%$ 。

3 讨论

3.1 牛磺酸易溶于水,因此对中药口服液适当稀释后可直接点样,利用其所具氨基酸类性质选择适宜的展开剂及显色剂,可以将其与杂质分离,以便定性、定量研究。

3.2 虽然实验中测得斑点在90分钟内稳定,在薄层板显色后,尚有余热情况下,斑点面积有波动,故实测时薄层层板应放至室温后再测定。

(收稿:1996-04-11)