

双波长薄层扫描法测定五仁醇胶囊中五味子乙素的含量

赵晓霞(黑龙江省药品检验所 哈尔滨 150001)

来 杰(哈尔滨市药品检验所)

张 华(哈尔滨制药四厂)

五仁醇胶囊具有降低谷丙转氨酶的功能,是治疗肝炎的常用药^[1]。五味子乙素为五仁醇胶囊中五味子的主要成分之一。本文应用双波长薄层扫描法测定五仁醇胶囊中五味子的含量。方法重现性较好,且灵敏、迅速,为该药的质量控制提供了有价值的检测手段。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂 日本岛津 CS-9000 双波

长薄层扫描仪;三用紫外线分析仪(上海顾村电光仪器厂);双槽层析缸(10×22×24)cm;层析板:硅胶 GF₂₅₄(20×20)cm,青岛海洋化工厂;微量进样器(上海医用激光仪器厂);正己烷、醋酸乙酯均为 AR;样品:五仁醇胶囊(黑龙江省一面坡制药厂);对照品:五味子乙素(卫生部药品生物制品检定所)。

1.2 实验与结果

1.2.1 样品液及对照液的制备 样品液:精密称取本品 1g,加无水乙醇适量,超声处理 20min,滤过,滤器用适量无水乙醇洗涤,洗液与滤液并入 25ml 量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。对照液:精密称取五味子乙素对照品适量,加无水乙醇制成 0.996mg/ml 的溶液。

1.2.2 薄层分离的制备 点样与展开:在同一薄层板(市售 GF₂₅₄,青岛海洋化工厂)上分别点上五仁醇胶囊样品液及五味子乙素对照液。以正己烷-醋酸乙酯(8:3)为展开剂,在双槽层析缸中饱和 5min 后,用上行法展开,展距为 9cm,取出薄层板,挥尽溶剂,置紫外检测仪下于 254nm 处观察暗斑并定位。展开情况如图 1。

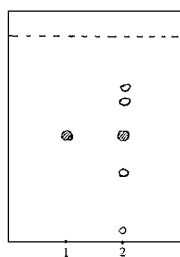


图 1 五仁醇胶囊 TLC 图谱

- 1. 五味子乙素
- 2. 五仁醇胶囊

双波长薄层扫描条件的求测:在 GF₂₅₄ 薄层板上点上五味子乙素对照液 2 μ l。按上法展开,挥干,定位后,对斑点在 200~400nm 范围内进行光谱扫描,依照扫描曲线,选择扫描波长 $\lambda_s = 254\text{nm}$,参比波长 $\lambda_R = 360\text{nm}$,扫描方式为反射式锯齿扫描,SX=7。

1.2.3 标准曲线的绘制及线性范围的确定 精密吸取五味子乙素对照液 1、2、3、4、5 μ l 点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,按上法展开,挥干,定位后,进行扫描,以点样量(μ g)对斑点面积积分值作回归分析,结果在点样量 0.996~4.980 μ g 范围内,回归方程为 $Y = 26943.46X - 27067.39$,相关系数 $r = 0.9981$ 。

1.2.4 稳定性实验 在上述薄层板上点上对照液,按上法展开,挥干,定位后,按扫描条件在 4h 内对斑点进行重复扫描。结果 0~4h 为斑点面积积分值 $RSD = 0.85\%$, $n = 5$, 1~2h

斑点面积积分值的加权平均值 $RSD = 0.07\%$, $n = 5$,由 RSD 值可知,薄层板挥干定位后 0~2h 之间为最佳扫描时间。

1.2.5 精密度试验 在同一块板点同一批号样品液,按上述方法展开、定位、扫描测定,得斑点面积的积分值,计算变异系数, $RSD = 1.9\%$, $n = 5$;在不同的薄层板上,点上同一批号样品液,按上述方法操作,求得 $RSD = 2.43\%$, $n = 5$ 。

1.2.6 回收率测定 在同一块薄层板上分别点上标准液,样品液加标准液(标准液加入到已称重的样品中,按样品液方法制备),按上述方法展开,挥干,定位,扫描测定。见表 1

表 1 回收率测定(n=5)

样品量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
3.42	2.97	6.38	99.7
3.95	2.97	6.45	97.6
3.10	2.97	6.08	100.3
5.96	2.97	8.92	99.7
6.12	2.97	9.19	103.4
平均值			100.14%
			$RSD = 1.87\%$

1.2.7 样品的含量测定 在同一块薄层板上点上五味子乙素对照液及样品液,展开,挥干,定位,扫描测定。计算 4 个批号样品中五味子乙素的含量,结果见表 2。

表 2 样品含量测定

批号	901012	910415	910520	910922
含量 mg/粒	2.3	2.5	2.4	2.8

2 讨论

2.1 五仁醇胶囊中,由于辅料的干扰,使五味子浸膏被 CaCO_3 包裹,本文采用超声波提取方法^[2],能使有效成分五味子乙素充分溶出到提取液中,经薄层可得到较好地分离。

2.2 五仁醇胶囊是由五仁醇浸膏加辅料组成的单味制剂,取空白样品对照液与样品液点于同一薄层板上,展开,扫描,结果空白样品对照液对样品测定无干扰。

参考文献

[1]陈延镛等. 化学学报 1976;34(1):45
 [2]王慕邹等. 药学学报 1983;17(3):209