

薄层扫描法测定牛黄清心胶囊中胆酸的含量

王春芳 梁 宏 (山西省药品检验所 太原 030001)

刘 燕 (中国药品生物制品检定所 北京 100050)

摘 要 采用薄层扫描法测定了牛黄清心丸中胆酸的含量,方法简便,准确可靠。

关键词 牛黄清心丸 胆酸 薄层扫描

Quantitative Determination of Cholic Acid in Niuhuangqingxin Pill by TLC-Densitometry

Wang Chunfang, Liang Hong (Shanxi Provincial Institute for Drug Control, Taiyuan, 030001)

Liu Yan (China Institute for Drug and Biological Product Control, Beijing, 100050)

Abstract: Cholic acid, the main component of Niuhuangqingxin pill was determined by TLC-Densitometry, which was found to be simple and accurate.

Key words: Niuhuangqingxin pill, cholic acid, TLC-densitometry

牛黄清心胶囊由牛黄、当归、麝香等20余味中药组成,是与传统成药牛黄清心丸同处方不同剂型的中药,具有清心化痰,镇惊祛风的功能,牛黄是该药的君药。为控制药品质量,对牛黄的主要成分之一胆酸的含量进行了薄层扫描法^[1]测定,方法简便,准确可靠。

1 仪器与试剂

岛津 CS-9000型薄层扫描仪,定量毛细管,硅胶 G(青岛海洋化工厂),试剂均为分析纯,牛黄清心胶囊(北京同仁堂制药厂),胆酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号078-9312)。

2 实验条件

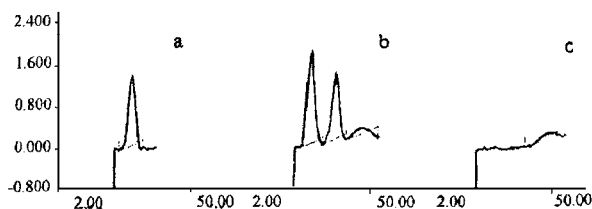
2.1 供试品溶液的制备 精密称取牛黄清心胶囊内容物0.5g,加氯仿-冰乙酸(20:1)的混合溶液10ml,超声提取30min,滤过,残留物用上述溶剂15ml洗涤,合并滤液及洗液,蒸干,残渣加甲醇溶解,定量转移至2ml量瓶中并稀释至刻度,即得。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取胆酸对照品,加甲醇制成每1ml含0.64mg的溶液,即得。

2.3 层析方法 准确吸取样品溶液2 μ l,对照品溶液2、4 μ l,分别点于同一硅胶 G-0.2% CMC-Na 薄层板上,以氯仿-甲醇-甲酸-水(8:1:0.1:0.1)为展开剂,展开,喷以5%磷钼酸乙醇溶液,110 C烘烤5~7min显色,30min后扫描测定。

2.4 扫描条件 单波长反射法锯齿扫描, $\lambda = 540nm$, $SX = 3$, $\Delta Y = 0.04$ 。

2.5 扫描图谱 分别对样品、对照品、阴性样品(去牛黄)依法层析、扫描,结果见图。



附图 样品、对照品、阴性样品 薄层扫描图谱

a 胆酸对照品 b 牛黄清心胶囊样品 c 去牛黄阴性样品

结果表明:阴性样品无干扰。

3 方法学考察

3.1 线性关系考察 准确吸取对照品溶液1、2、3、4、5 μ l,分别点于同一薄层板上,按上述条件,依法测定。以点样量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标绘制曲线,得回归方程为: $Y = 2248.45 + 115583.51x$,相关系数 $r = 0.9991$,结果表明,胆酸浓度在0.64~3.20 μ g间,线性关系良好。

3.2 斑点稳定性考察 同一样品斑点,每隔30min测定1次,结果表明在0.5~4h之内斑点稳定, $RSD = 1.78\%$ 。

3.3 精密度考察 同一样品,点同一体积,在同一块板上点5个斑点,测定结果 $RSD = 1.05\%$ 。

3.4 重复性试验 同一批号样品,依法平行测定5份, $RSD = 2.77\%$,胆酸平均含量为0.352%。

3.5 回收率试验 精密称取胶囊内容物粉末适量,定量加入对照品,按样品溶液制备方法制备待测液,依法测定,测得平均回收率为99.02%, RSD 为2.07%,测定数据见表1。

表1 回收率试验数据

编号	样品中胆酸含量(mg)	加入对照品量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	0.887	0.840	1.694	96.07
2	0.890	0.840	1.732	100.24
3	0.891	0.840	1.732	100.12
4	0.892	0.840	1.740	100.95
5	0.891	0.840	1.712	97.74

4 样品测定 按上述方法,测定3批样品,结果见表2。

表2 样品测定结果

批号	含量(%)	RSD (%)
950920	0.352	2.77(n=5)
951008	0.366	2.47(n=3)
951014	0.322	2.54(n=3)

5 讨论

5.1 测定结果与层析显色的质量有较大关系,实验中,曾用浸板法显色,由于胆酸的极性较大,在5%磷钼酸乙醇溶液中溶解度大,

显色速度稍慢,极易造成斑点畸形;后采用喷法,充分显色,克服了斑点扩散或畸形,效果较好。

5.2 显色后需放置使冷却,30min 后扫描测定。

5.3 3批样品的测定数据,可为牛黄清心胶

囊胆酸含量的限度提供参考。

参考文献

- 1 孙毓庆. 薄层扫描法及其在药物分析中的应用. 北京:人民卫生出版社,1990. 83