

• 科研交流 •

薄层扫描法测定肝速康注射液中苦参碱的含量

张 斌(黑龙江省药品检验所 哈尔滨 150001)

王丽娜 肖延斌 张 玲(哈尔滨世一堂制药厂 哈尔滨 150088)

孙美容(哈尔滨制药六厂 150000)

肝速康注射液由山豆根,虎杖等药味组成,具有清热解毒利湿的功能,用于急慢性肝炎的治疗。山豆根为豆科植物越南槐 *Sophora tonkinensis* Gapnep. 的干燥根及根茎^[1],含有生物碱,其中苦参碱为主要的活性成分之一,我们采用双波长薄层扫描法测定其含量,为山豆根制剂的质量控制提供了依据。

1 仪器与药品

CS-9000 薄层扫描仪(日本岛津),CAMAG-Ⅲ 自动点样仪(瑞士),硅胶 G(青岛海洋化工厂),苦参碱对照品(中国药品生物制品检定所,肝速康注射液(哈尔滨松鹤制药厂),试剂(AR 级)。

2 实验方法

2.1 薄层层析条件的选择 供试品溶液的制备:精密吸取肝速康注射液 10ml,氨水调至 pH10~11,氯仿萃取(10ml×4 次),合并氯仿液,回收至干,残渣加氯仿定容于 5ml 量瓶中,摇匀,备用。对照品溶液的制备:精密称取苦参碱对照品,用氯仿制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。薄层板为含 0.3%CMC 为粘合剂的硅胶 G 板,105 C 活化 30min,备用。显色剂为稀碘化铋钾。

在薄层板上点供试品溶液 5~10μl,对照品溶液 2~4μl,选择 3 种溶剂系统展开(1)氯仿-甲醇-浓氨试液(8:2:0.2);(2)苯-丙酮-甲醇(8:3:0.5);(3)环己烷-氯仿-甲醇-浓氨水(25:50:6:2)下层。实验结果,(3)效果最好,展开前先用浓氨水饱和层析缸 15min,可消除边缘效应。

2.2 扫描条件的选择 对展开显色后的苦

参碱斑点进行光谱扫描,结果最大吸收峰 $\lambda_{max}=495\text{nm}$,峰谷在 650nm 左右,故确定测定波长 $\lambda_s=495\text{nm}$,参比波长 $\lambda_R=650\text{nm}$,采用反射法双波长矩齿扫描测定含量。

2.3 线性关系的考察 在同一块硅胶 G 板上分别精密点苦参碱对照品各 1.0,2.0,3.0,4.0,5.0μl,展开,显色,扫描测定,以峰面积对点样量(μg)计算,在 1~5μg 之间得一直线,回归方程为 $Y=17488.44+8854.75x,r=0.9995$ 。

2.4 稳定性试验 对苦参碱展开显色后的斑点,每间隔一定时间测定一次峰面积,结果 2h 内稳定,RSD 为 1.68%。

2.5 精密度试验 在同一块板上点 6 个同量苦参碱斑点,展开,显色,扫描测定峰面积,结果 RSD 为 1.54%。表明精密度良好。

2.6 重复性试验 按上述含量测定方法对同一批样品重复测定 6 次,结果 RSD 为 1.69%,说明该方法重现性良好。

2.7 回收率测定 采用加样全回收法,取已知含量的样品,分别加入定量苦参碱对照液(1.02mg/ml),按上述方法提取,定容,点样,展开,显色,测定,结果见下表。

苦参碱回收率实验结果

编号	对照品加入量(mg)	样品含量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.00	0.98				
2	1.02	0.98	1.99	99.0		
3	1.02	0.98	2.00	100.0	97.84	1.92
4	1.02	0.98	1.97	97.1		
5	1.02	0.98	1.95	95.1		
6	1.02	0.98	1.98	98.0		

2.8 样品测定 按上述方法测定3批样品,结果见下表($n=2$)

批号	970401	960901	970402
苦参碱含量(mg/ml)	0.152	0.105	0.098

3 讨论

3.1 薄层显色剂曾用改良碘化铯钾,但稳定性较差;还试用了改良碘化铯钾与碘-碘化钾(1:1)混合溶液^[2],但显色后苦参碱斑点中央出现空白斑,影响扫描测定结果,均不如用稀碘化铯钾理想。

3.2 3批样品测定结果表明该制剂的苦参碱含量相差较大,可能是与原料药材质量有关,有待进一步考察。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典(一部). 广州:广东科技出版社,1995. 19
- 2 王宝主编. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京:中国医药科技出版社,1994. 307

(收稿:1997-05-27)