

消渴丸中盐酸小檗碱的含量测定

杜桂芝 任喜波* 王兆华 陈岩(吉林省中医中药研究院 长春 130021)

李民熙 陈建华 任喜荣(长春中医学院 长春 130021)

消渴丸系由黄连、生地黄、马齿苋,天花粉等 11 味中药配制而成的胶囊制剂。为治疗糖尿病的新药,具有滋阴清热,益肾养阴,活血化瘀,生津润燥之功效。为确保其制剂的质量,我们对其中的君药黄连进行含量测定,采用双波长薄层扫描法得到满意的结果。

1 实验材料

1.1 仪器试药及试剂 岛津 CS-930 型薄

层扫描仪,定量毛细管。盐酸小檗碱对照品(中国生物制品检定所)。样品由白山制药厂提供。试剂均为市售分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液及供试品溶液的制备 精密称取盐酸小檗碱对照品,加乙醇制成 1ml 含 0.1mg 的溶液,作为对照品溶液。取消渴丸,精密称定 2.5g,置索氏提取器中,加盐酸甲醇溶液(1:100)50ml,加热回流提取至无色,将提取液适当浓缩,转移至 25ml 量瓶

* 长春拖拉机厂职工医院

中,以盐酸-甲醇溶液定容至刻度。取 5ml 加于已处理好的氧化铝柱上^[1],用乙醇 25ml 分次洗脱,收集洗脱液,置 50ml 量瓶中,加乙醇至刻度,作为供试品溶液。

2.2 扫描条件 青岛海洋化工厂硅胶 G 薄层板,展开剂:醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:7:1:1)展距 10cm;在紫外光灯下定位,选用 $S_r=3$,狭缝 1.2mm×1.2mm 下进行全波长(200~370nm)线性扫描,选择 $\lambda_s=345\text{nm}$, $\lambda_R=370\text{nm}$ 。

2.3 线性关系考查 精密吸取对照品溶液 2.0、4.0、6.0、8.0、10 μl 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,展开、晾干,置紫外光灯(365nm)下检视定位。扫描,以浓度 c 为横坐标,以峰面积 A 为纵坐标,绘制标准曲线,小檗碱回归方程为: $A=32827.44c+4825.24$
 $r=0.9994$ 线性范围 0.2~1.0 μg 。

2.4 稳定性考察 取供试品溶液 4 μl ,按标准曲线项下方法操作,在 3h 内每隔 30min 测定一次峰面积,测定结果表明,被测液在 0~3h 内基本稳定, $RSD=0.94\%$ 。

2.5 样品测定 吸取供试品溶液 4 μl ,对照品溶液 2 μl 和 4 μl ,阴性对照溶液 2 μl ,按标准曲线项下操作,测定供试品及对照品吸收度积分值,计算即得。3 批消渴丸中盐酸小檗碱的含量分别为 8.60、8.65、8.77(mg/g)。

2.6 空白试验 精密吸取供试品溶液,黄连阴性对照溶液与对照品溶液各 4 μl ,分别点于同一薄层板上,依法展开,晾干、置紫外灯

下检视,空白试验未见干扰。

2.7 精密度实验 精密吸取对照品溶液点于同一薄层板上,每次点 2 μl ,共点 5 次,依法操作测定。 $RSD=0.96\%$ ($n=5$)。精密吸取供试品溶液 4 μl ,点于不同薄层板上,依法操作,测定 $RSD=1.84\%$ ($n=5$)。

2.8 回收率实验 取已知含量的样品,加入一定量的小檗碱对照品,依法操作,见表 1。

表 1 回收率测定结果

样品含量(mg)	加标量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
0.44	0.2	0.637	98.5		
0.41	0.2	0.604	97.0		
0.45	0.2	0.646	98.0	96.52	1.48
0.42	0.2	0.614	97.0		
0.43	0.2	0.621	95.5		

3 讨论

消渴丸是由 11 味中药组成的复方制剂。黄连为本制剂的君药,盐酸小檗碱为治疗糖尿病的主要有效成分之一^[2]。按处方工艺制备的阴性样品,在薄层扫描图上未见干扰。故采用双波长薄层扫描法测定盐酸小檗碱的含量,方法简单,快速准确。硅胶 G 薄层板要在 105 C 活化 30min。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.北京:人民卫生出版社,1990.275
- 2 黄泰康.常用中药成分与药理手册.北京:中国医药科技出版社,1994.1584

(收稿:1997-07-03)