

陀螺银消胶囊制剂中麦角甾醇的含量测定

王淑琴 崔东滨 高继山 严铭铭(吉林省中医中药研究院 长春 130021)

董金香(长春中医学院 长春 130021)

陀螺银消胶囊是由单味新药材胶陀螺(胶陀螺科真菌胶陀螺 *Bulgaria inguinans* (Fries) 的子实体)制成的胶囊制剂。具有清热解毒、活血祛瘀的功效。通过对胶陀螺化学成分的研究,发现麦角甾醇是其主要化学成分之一^[1]。因此,我们采用双波长薄层扫描法来测定陀螺银消胶囊中麦角甾醇的含量,结果表明回收率、重现性及精密度都较好,方法准确、可靠,可用于控制临床用药的质量。

1 仪器与试药

岛津 CS-930 型双波长薄层扫描仪;定量毛细管(Drummond C.USA);硅胶 G 薄层层析预制板(青岛海洋化工厂);麦角甾醇对照品(本实验室制,纯度 99%以上);其它所用试剂均为分析纯。

2 方法及结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取麦角甾醇对照品,加氯仿制成 1mg/ml 的溶液作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备 取本品 5 粒,除去囊壳,精密称定。加 5%NaOH 水溶液 5ml,使样品湿润,密闭放置 4h,另称取 4g 硅藻土,拌入样品中。60~70℃干燥,然后置索氏提取器中,用氯仿提取 4h。回收溶剂至干,用氯仿定容于 5ml 量瓶中,作为供试品溶液。

2.3 扫描条件 苯-氯仿-醋酸乙酯(5:10:3)为展开剂,展开,取出,晾干。10%硫酸乙醇溶液显色,105℃,5min。反射锯齿扫描,双波长 $\lambda_s=395\text{nm}$, $\lambda_R=700\text{nm}$,线性化系数 $S_x=3$,狭缝 1.2mm×1.2mm。

2.4 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,依法进行薄层层析,扫描测定峰面积积分值,以对照品浓度为横坐标,峰面积积分值为纵坐标进行回归分析,得出回归方程为 $Y=410.86+2447.93x$, $r=0.9998$ 。

2.5 稳定性试验 取供试品溶液 4 μl ,依法进行薄层层析,每隔 30min 扫描 1 次,结果表

明 3h 内峰面积稳定, $RSD=1.6\%$ ($n=7$)。

2.6 精密度试验 同板精密度: 在同 1 块薄层板的不同位置, 点相同量 ($4\mu\text{l}$) 的同 1 供试品溶液, 展开, 扫描测定, 结果 $RSD=2.1\%$, $n=5$ 。异板精密度: 取同 1 供试品, 点相同量于不同薄层板上, 分别依法展开, 扫描。结果 $RSD=3.1\%$, $n=5$ 。

2.7 重现性试验 取同 1 批号样品 6 份, 分别制成供试品溶液, 各吸取 $4\mu\text{l}$ 点于同 1 块薄层板上, 依法展开、扫描测定, 结果 $RSD=2.5\%$, $n=6$ 。

2.8 样品含量测定 精密吸取对照品溶液 $2.4\mu\text{l}$, 供试品溶液 $4\mu\text{l}$, 分别点于同 1 块硅胶 G 薄层板上, 依法操作, 用外标二点法测定供试品中麦角甾醇的含量, 3 个批号 (950225, 950413, 950526) 样品, 麦角甾醇含量为 $1.95, 1.74, 1.73\%$ 。

2.9 回收率试验 取同 1 批已知含量的样品 5 份, 每份中分别加入麦角甾醇对照品 2.6mg , 依法操作, 扫描测定, 平均回收率为

98.2% , $RSD=2.8\%$ ($n=5$)。结果见表 2。

表 2 回收率试验结果

麦角甾醇(mg)	样品量(mg)	测出量(mg)	回收率(%)
2.6	2.62	5.10	95.4
2.6	2.63	5.13	96.2
2.6	2.64	5.30	102.3
2.6	2.63	5.17	97.7
2.6	2.61	5.19	99.2

3 讨论

样品未经任何处理, 直接用氯仿索氏提取, 作为供试品溶液在薄层层析时, 麦角甾醇主斑点所受干扰较大, 层析效果不佳, 无法进行扫描测定。采用 NaOH 等处理后, 背景基本无干扰, 层析效果较好, 而且测定结果准确, 可靠, 较好地控制了临床用药的质量。

参考文献

- 1 崔东滨, 王淑琴, 丁晓昆, 等. 胶陀螺化学成分的研究. 中国中药杂志, 1997, 22(8): 485

(收稿: 1998-07-03)