

# 薄层扫描法测定珍黄液中胆酸的含量

傅 军\*, 周 漩, 高晓霞, 梁从庆, 朱伟源  
(广东药学院药物分析教研室, 广东 广州 510224)

[摘要] 目的: 建立珍黄液中胆酸的含量测定方法。方法: 薄层扫描法。展开剂: 异辛烷-乙酸丁酯-冰醋酸-甲酸(8: 4: 2: 1), 显色剂: 10% 硫酸乙醇溶液(105℃加热约 5min), 扫描波长  $\lambda_s = 380\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 650\text{nm}$ 。结果: 胆酸平均回收率为 93.2%, RSD = 2.5% ( $n = 6$ )。结论: 该法可用于珍黄液中胆酸的含量测定。

[关键词] 珍黄液; 胆酸; 薄层扫描法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)03-0025-02

## Determination of Cholic Acid in Zhenhuang Solution by TLCS

FU Jun, ZHOU Xuan, GAO Xiao-xia, LIANG Cong-qing, ZHU Wei-yuan  
(Guangdong college of Pharmacy, Guangzhou 510224, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a method for the determination of cholic acid in zhenhuang solution by TLCS. **Methods:** The analysis was performed silica gel G, with a developer of isooctane-butyl acetate-acetic acid glacial-formic acid(8: 4: 2: 1), and spray reagent of 10% sulfuric acid-ethanol, the detection wavelength was  $\lambda_s = 380\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 650\text{nm}$ . **Results:** The average recovery of loading sample was 93.2%, RSD= 2.5%. **Conclusion:** The method can be using to detect cholic acid in zhenhuang solution.

[Key words] zhenhuang solution; cholic acid; TLCS

珍黄液是广州市中医医院儿科配制的医院内制剂。本方以牛黄为主药, 取其气味清香功擅开窍、善祛热痰之功效, 用于温热病痰热雍盛之发热、咳嗽、痰多等症; 配合功擅镇心定惊之珍珠层粉, 共奏清肝熄风定惊之功, 常用于小儿高热惊惕、急惊风、癫痫之证。临床用于小儿外感风热, 咳嗽痰多, 咽喉肿痛, 烦躁易惊等症。该药服用方便, 口感好, 儿童患者易于接受。

经二十多年临床使用证明本品疗效确切, 临床用量较大, 但本品目前未有含量测定项目。牛黄为本方君药, 胆酸为牛黄主要成分, 故选择胆酸作为控制本品质量的指标成分, 建立薄层扫描法测定珍黄液中胆酸含量。

### 1 仪器与试剂

CS9301 薄层扫描仪(日本岛津)。薄层自动铺板器(重庆新力实验电器厂)。硅胶 G(青岛海洋化工厂)。胆酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 100078-200414)。珍黄液(广州市中医医院)。所用试剂均为分析纯。

### 2 试验方法与结果

#### 2.1 样品溶液制备

**2.1.1 对照品溶液的制备** 精密称取胆酸对照品 0.02001g, 置 10mL 量瓶中, 加乙醇适量, 振摇使溶解, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液 ( $2.001\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )。

**2.1.2 供试品溶液的制备** 用内容量移液管精密量取珍黄液 5mL, 置分液漏斗中, 加三氯甲烷 20、10、10mL 振摇萃取 3 次, 合并三氯甲烷提取液, 置水浴中挥干, 残渣加乙醇溶解, 置 1mL 量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 作为供试品溶液。

[收稿日期] 2005-06-22

[通讯作者] 傅军, Tel: (020) 34076426; E-mail: zchfj@tom.com

**2.1.3 阴性对照液的制备** 取处方中除牛黄外的其余成分制成不含牛黄的阴性对照品,按“2.1.2”项下的制备方法处理得阴性对照液。

**2.2 色谱条件** 薄层板:硅胶 G 薄层板(20cm × 10cm),105℃活化 1h。展开剂:异辛烷-乙酸丁酯-冰醋酸-甲酸(8:4:2:1)。显色剂:10%硫酸乙醇溶液,105℃加热(约 5min)至斑点显清晰的红棕色;在薄层板上覆盖同样大小玻璃板,四周用透明胶纸固定。双波长反射式锯齿扫描,扫描波长  $\lambda_s = 380\text{nm}$ ,  $\lambda_r = 650\text{nm}$ 。

### 2.3 方法学考察

**2.3.1 标准曲线制备** 分别精密吸取胆酸对照品溶液 1 2 3 4 5 $\mu\text{L}$ ,点于同一薄层板上,照上述色谱条件测定,以对照品量为横坐标,测定的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程为  $A = 800.299 - 109.551X$ ,  $r = 0.9993$ ,表明胆酸点样量在 2~ 10 $\mu\text{g}$  范围内线性关系良好。

**2.3.2 精密度试验** 精密吸取同一供试品溶液,分别在同一薄层板和不同薄层板上点样,依法测定,计算含量,经统计学处理,同板 RSD 为 1.2% ( $n = 5$ ),异板 RSD 为 2.0% ( $n = 5$ )。结果表明,本法精密度较好。

**2.3.3 空白干扰试验** 将供试品溶液 5 $\mu\text{L}$ 、胆酸对照品溶液 3 $\mu\text{L}$ 、阴性对照液 5 $\mu\text{L}$  点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色,在与对照品色谱相同的位置,供试品色谱中有相同斑点,阴性对照无斑点。结果表明,其他药味对胆酸测定无干扰。

**2.3.4 重复性试验** 取同一批号(041112)样品 6 份,按“2.1.2”项下方法制备、测定,结果胆酸平均含量为 0.2346 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,RSD 为 1.8%。

**2.3.5 回收率试验** 精密吸取已知含量样品(041112)2.5 $\text{mL}$  共 6 份,分别精密加入对照品溶液(0.2001 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ )3 $\text{mL}$ ,按“2.1.2”项下方法制备、测定,计算回收率,胆酸平均回收率为 93.2%,RSD 为

2.5%。结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

样品	取样量 (mL)	样品含量 ( $\mu\text{g}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}$ )	测得量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)
1	2.5			2.8394	94.6
2	2.5			2.9085	96.9
3	2.5	2.9325	3.0015	2.7644	92.1
4	2.5			2.7734	92.4
5	2.5			2.8004	93.3
6	2.5			2.7074	90.2
平均回收率: 93.2					RSD= 2.5%

**2.4 样品测定** 精密吸取供试品溶液 5 $\mu\text{L}$ 、对照品溶液 2 $\mu\text{L}$  和 4 $\mu\text{L}$ ,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,显色,扫描测定,用外标两点法计算其含量。结果见表 2。

表 2 样品测定结果( $n = 3$ )

批号	含量 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$	RSD%
041105	0.2359	2.0
041112	0.2346	1.8
041202	0.2965	2.3

### 3 讨论

对三氯甲烷的萃取次数进行了比较,实验表明,萃取 3 次与 5 次的测定结果基本一致,故采取三氯甲烷萃取 3 次。从检测结果来看,不同批号样品中胆酸含量差异较大,可能与药材质量不稳定有关,因而有必要在质量标准中增加对药材胆酸含量的控制。

### [参考文献]

- [1] 薛玉梅. 薄层扫描法测定牛黄蛇胆川贝胶囊中胆酸的含量[J]. 中成药, 2003, 25(9): 771-772.
- [2] 刘军, 邓祝玲. 新雪颗粒中胆酸的含量测定[J]. 中药材, 2001, 24(11): 821.
- [3] 林彤. 薄层扫描法测定消痔灵胶囊中胆酸的含量[J]. 中成药, 2000, 22(5): 379-380.