

# 补肾回春胶囊中甜菜碱的含量测定

王隶书<sup>1</sup>, 程东岩<sup>1</sup>, 李 阳<sup>2</sup>

(1 吉林省中医中药研究所, 吉林 长春 130021; 2 吉林工业大学医院, 吉林 长春 130022)

**摘要:** 目的: 建立补肾回春胶囊中甜菜碱的含量测定方法。方法: 双波长薄层扫描法, 薄层板: 硅胶 G 薄层板, 展开剂: 丙酮-无水乙醇-浓盐酸(5: 3: 0.6), 显色方法: 以碘蒸气熏后, 喷以改良碘化铋钾试液-1% 三氯化铁无水乙醇浓液(2: 1) 的混合溶液。结果: 线性范围 2.48 $\mu$ g~ 19.84 $\mu$ g, 平均回收率为 100.1%, RSD 为 2.45%。结论: 方法准确、可靠, 为控制补肾回春胶囊的质量提供了科学依据。

**关键词:** 补肾回春胶囊; 甜菜碱; 双波长薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2004)06-0029-02

补肾回春胶囊是我院研制的中药复方胶囊剂, 由枸杞子、鹿肾等 11 味中药组成, 具有补肾壮阳之功效, 甜菜碱为枸杞子中主要有效成分之一, 为控制其内在质量, 我们以双波长薄层扫描法对枸杞子中甜菜碱的含量进行了测定。

## 1 仪器与试药

收稿日期: 2004-03-08

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 盐酸甜菜碱对照品(购于中国药品生物制品检定所); 补肾回春胶囊(自制)。

## 2 方法与结果

**2.1 薄层色谱条件及扫描条件** 展开剂: 以丙酮-无水乙醇-浓盐酸(5: 3: 0.6) 为展开剂。显色: 将薄层板以热风干燥后, 立即放入碘蒸气缸中熏 5min 至斑点清晰, 取出, 喷以改良碘化铋钾试液-1% 三氯化铁

无水乙醇溶液(2:1)的混合溶液。

双波长反射式锯齿扫描,  $\lambda_s = 515\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 670\text{nm}$ , SX= 3, 狭缝 1.2mm × 1.2mm。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取盐酸甜菜碱对照品 4.96mg, 置 2mL 量瓶中, 加 80% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取装量差异项下的内容物约 2g, 精密称定, 加水 20mL, 超声处理 20min, 加入 80mL 无水乙醇, 搅匀, 放置 5min, 滤过, 滤渣用 5mL 80% 乙醇洗涤, 合并洗液及滤液, 置水浴上浓缩至 20mL, 调 pH 至 1, 加入新配制的 2% 硫氰酸铬铵溶液 20mL, 置冰浴中放置 15min, 有银粉色沉淀生成, 用 G<sub>4</sub> 垂熔玻璃漏斗抽滤, 沉淀用丙酮适量使溶解并定量转移至 5mL 量瓶中, 加丙酮至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

**2.4 线性关系考察** 精密吸取对照品溶液 1.2、4、6.8 $\mu\text{L}$ , 分别点于同一硅胶 G-CMC 薄层板上, 按上述条件展开, 显色, 封板, 于 CS-930 型薄层扫描仪上进行反射式锯齿扫描, 以吸收度积分值为纵坐标, 点样量为横坐标, 绘制标准曲线, 回归方程:  $Y = 200.59 + 217.699X$ ,  $r = 0.9994$ 。线性范围 2.48 $\mu\text{g}$ ~ 19.84 $\mu\text{g}$ 。

**2.5 稳定性试验** 取样品供试液 4 $\mu\text{L}$  点于薄板上, 依法展开, 显色, 在室温避光保存, 每隔 20min 扫描一次, 结果在 3h 内斑点峰面积积分值不变(RSD= 2.39%)。

**2.6 精密度考察** 取同一供试液于同一硅胶 G 薄层板及不同硅胶 G 薄层板上重复点样测定, 结果板内斑点峰面积 RSD= 1.79%, 板间斑点峰面积 RSD = 2.05%, 表明精密度良好。

**2.7 重复性试验** 取同一批样品, 依法制备 5 份供试液, 依法测定, 结果甜菜碱平均含量为 1.38mg/粒, RSD= 2.59%。

**2.8 回收率试验** 在已知含量的样品中, 加入一定量的盐酸甜菜碱对照品, 依法提取分离, 测定, 计算回收率。结果表明, 本法具有良好的回收率(见表 1)。

**2.9 样品测定** 分别吸取供试品溶液 4 $\mu\text{L}$ , 对照品溶液 2 $\mu\text{L}$  与 4 $\mu\text{L}$ , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 测定。五批胶囊中甜菜碱的含量分别为

3.64 3.30 2.88 3.77 3.03mg/粒。

### 3 讨论

**3.1 甜菜碱为一季铵型的生物碱**, 它极易溶于水, 而补肾回春胶囊方中水溶性成分较多, 且含糖量较大, 严重干扰测定, 本实验利用甜菜碱为季铵型的生物碱的特点, 使其与雷氏盐生成复盐而从酸水中沉出, 然后将复盐溶于丙酮, 并利用薄层色谱使复盐中的甜菜碱解析, 显色, 扫描测定。

表 1 回收率测定结果

编号	样品称量 (mg)	样品原有量 (mg)	加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
1	2.4431	10.83	11.52	22.44	100.8		
2	2.2644	9.94	11.69	21.79	101.4		
3	2.3451	10.29	11.87	21.83	97.2	100.1	2.45
4	2.4352	10.68	11.34	21.79	98.0		
5	2.2819	10.01	12.01	22.39	103.1		

**3.2** 曾比较过不同醇浓度对甜菜碱分离的影响, 结果发现醇沉浓度达到 70% 时, 杂质沉淀不完全, 溶液颜色深, 从而导致雷氏盐沉淀反应无法进行; 而醇沉浓度达到 80% 和 90% 时, 杂质沉淀完全, 溶液颜色浅, 雷氏盐反应明显, 且二者甜菜碱含量无明显差异, 故确定醇沉浓度为 80%。

**3.3** 曾比较过加不同体积的硫氰酸铬溶液对甜菜碱含量的影响, 结果发现加硫氰酸铬铵溶液少时, 沉淀不完全, 薄层斑点小, 甜菜碱含量低; 而超过 20mL 后, 甜菜碱含量不再有明显增加, 故确定加硫氰酸铬铵溶液体积为 20mL。

**3.4** 曾比较过不同沉淀时间对甜菜碱含量的影响, 结果发现沉淀时间短, 沉淀不完全, 薄层斑点小, 甜菜碱含量低; 而超过 15min 后, 甜菜碱含量不再有明显增加, 故确定沉淀时间为 15min。

**3.5 显色方法** 甜菜碱在薄层板上无荧光, 且以改良碘化铋钾、稀碘化铋钾显色后斑点很快消退, 无法正常测定, 而采用碘蒸汽熏, 背景颜色深且重现性差。参考相关文献, 确定本实验中薄层显色方法为先以碘蒸气熏, 后喷改良碘化铋钾-1% 三氯化铁无水乙醇溶液的方法, 显色后的斑点稳定, 重现性好且背景颜色较浅。