

薄层扫描法测定肝豆灵片中盐酸小檗碱含量

孔树佳¹, 徐先祥²

(1 中国药科大学, 江苏 南京 210009; 2 安徽中医学院第一附属医院药学部, 安徽 合肥 230031)

摘要:目的: 建立薄层扫描法测定肝豆灵片中盐酸小檗碱含量的方法。方法: 样品经超声法制备, 以苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12: 6: 3: 3: 1) 为展开剂, 检测波长 437nm。结果: 盐酸小檗碱在 0.974 μ g~ 4.870 μ g 范围内线性良好, 相关系数 $r=0.9992$, 平均回收率为 98.0%, RSD= 2.63%。结论: 本法快捷, 简便, 准确, 可用于该制剂质量的控制。

关键词: 肝豆灵片; 盐酸小檗碱; 薄层扫描

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2005)03-0026-02

Determination of Berberine Hydrochloride in Gandouling Tablet by TLC-scanning

KONG Shujia¹, XU Xian-xiang²

(1 China Pharmaceutical University, Jiangsu, Nanjing 210009;

2 Department of Pharmacy, The First affiliated Hospital of Anhui College of Traditional Chinese Medicine, Anhui, Hefei 230031)

Abstract: Objective: To establish a method for determining Berberine hydrochloride in Gandouling Tablet by TLC-Scanning. Methods: Berberine hydrochloride in Gandouling Tablet was determined with a mixture of benzene-ethylacetate-methanol-isopropanol-ammonia (12: 6: 3: 3: 1) as the developing system. The detection wavelength was 437nm. Results: The calibration curve was linear in the range of 0.974 μ g~ 4.870 μ g, $r=0.9992$. The average recovery was 98.0% and RSD was 2.63%. Conclusions: The method was quick, simple, accurate and suitable for the content determination of Berberine hydrochloride in Gandouling Tablet.

Key words: Gandouling Tablet; Berberine hydrochloride; TLC-Scanning

肝豆灵片是我院神经内科特色中药制剂, 由黄连、大黄、丹参等组成, 具清热解毒, 化瘀转坚, 利胆排铜的功效, 主治肝豆状核变性。黄连为方中君药, 本文采用薄层扫描法对其中指标性成分盐酸小檗碱进行了含量测定, 方法简便, 结果满意, 可有效控制该制剂质量。

1 仪器与材料

Scanner-3 薄层扫描仪及配套的定量毛细管、Nanomat4 点样器、双槽展开缸等均为瑞士 CAMAG 公司出品; BP211D 十万分之一电子天平, 德国赛多利斯公司; SK3200H 超声清洗器, 上海科导超声仪器有限公司; 硅胶 G 高效薄层板, 青岛海洋化工集团, 批号 20031027。肝豆灵片, 安徽中医学院第一附属医院制剂中心, 批号 20020115, 20020416, 20030605。盐

酸小檗碱对照品(含量测定用), 中国药品生物制品检定所, 批号 0713-200107。试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取干燥器中保存的盐酸小檗碱对照品 4.87mg, 加甲醇制成每 1mL 含盐酸小檗碱 0.974mg 的溶液即得。

2.2 供试品溶液的制备 取肝豆灵片, 研细, 精密称定 1.0g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50mL, 密塞, 称重, 超声处理 30min, 放冷后称重, 用甲醇补足减失的重量。滤过, 精密量取滤液 10mL 置蒸发皿中蒸干, 并转移至 2mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 阴性对照液的制备 取缺黄连处方按制剂工艺制成阴性对照制剂。同供试品溶液制备方法制得阴性对照液。

2.4 色谱条件 吸附剂: 105℃活化 30min 的硅胶 G 板, 展开剂^[1]: 苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12: 6: 3: 3: 1), 预饱和 30min, 上行展开, 展距 9cm, 日

收稿日期: 2004-05-09

通讯作者: 徐先祥, Tel: (0551) 3380362, 13075580963, E-mail: xuxianxiang@163.com

光下定位。

2.5 扫描条件 吸取 1 μ L 对照品溶液, 1 μ L 供试品溶液, 1 μ L 阴性对照品点于 10 \times 10cm 的硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 在 400nm~700nm 的波长范围内对盐酸小檗碱斑点进行光谱扫描以确定最大吸收波长, 结果供试品与对照品均在 437nm 处有最大吸收, 而无阴性干扰。因此选定 437nm 为检测波长。扫描光斑 6.00 \times 0.45cm, 扫描速度 20mm/s, 扫描方式: 直线扫描。

2.6 线性关系考察 吸取盐酸小檗碱对照品液 (0.974mg/mL) 1.2、3.4、5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上。依法展开、扫描。以对照品点样量为横坐标, 吸收峰面积积分为纵坐标, 扫描得回归方程 $C = 2567.3A + 1542.4$, $r = 0.9992$, 表明盐酸小檗碱在 0.974 μ g~4.870 μ g 范围内呈线性关系。

2.7 稳定性考察 吸取供试品溶液 2 μ L, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开后扫描测定峰面积值。在室温下放置, 每隔 0.5h 测定一次。结果盐酸小檗碱斑点在至少 3.0h 内稳定, $RSD = 1.74\%$ 。

2.8 精密度考察 吸取同一供试品溶液 5 份点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 扫描测定峰面积值, $RSD = 2.35\%$, 结果表明同板精密度良好。

2.9 重复性考察 对同一批样品按上法测定 5 次, $RSD = 1.75\%$, 结果表明重复性良好。

表 1 小檗碱加样回收率试验结果

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
9.311	10.012	19.278	99.6		
9.284	10.012	18.941	96.5		
8.692	10.012	18.259	95.6	98.1	2.63
9.438	10.012	19.151	97.0		
8.821	10.012	19.025	101.9		

2.10 加样回收率试验 精密称定已知盐酸小檗碱含量的样品(批号 20030605) 5 份, 各加入盐酸小檗碱对照品溶液 10.012mg, 制成供试品溶液, 依法测定盐酸小檗碱的含量, 结果计算得平均回收率为 98.0%, $RSD = 2.63\%$ 。

2.11 样品含量测定 吸取盐酸小檗碱对照品溶液 1 μ L, 供试品溶液 2 μ L, 盐酸小檗碱对照品溶液 2 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 扫描, 测定三批肝豆灵片中盐酸小檗碱的含量。结果见表 2。

表 2 三批样品含量测定结果

样品批号	盐酸小檗碱含量(mg/g)
20020115	12.35
20020416	11.34
20030605	9.44

3 讨论

本文比较试验了正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5); 苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3); 苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12:6:3:3:1) 三种展开系统, 结果以苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12:6:3:3:1) 所得盐酸小檗碱斑点清晰圆整, 展开效果最为理想。方法学验证试验结果表明, 本法操作简便, 稳定性、精密度、重复性均良好, 可作为肝豆灵片中盐酸小檗碱含量测定的方法。

参考文献:

- [1] 李瑞莲, 何芝义. 薄层扫描法测定天麻首乌片中盐酸小檗碱的含量[J]. 中国药事, 2003, 17(2): 118-119.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化工出版社, 2000. 354.