

# 薄层扫描法测定速抗结核颗粒剂中西贝碱的含量

翟乙娟<sup>1</sup>, 刘 杰<sup>1</sup>, 侯文峰<sup>2</sup>

(1 河南省中医药研究院, 河南 郑州 450004; 2 郑州电信医疗中心, 河南 郑州 450004)

**摘要:** 采用薄层色谱法测定速抗结核颗粒剂中西贝碱的含量。方法灵敏、准确、专属性好, 平均回收率 97.85% ( $n=5$ ), 变异系数 2.46%。

**关键词:** 速抗结核颗粒剂; 薄层扫描法; 西贝碱; 含量测定

**中图分类号:** R284.1   **文献标识码:** B   **文章编号:** 1005-9903(2004)02-0017-02

速抗结核颗粒剂是由伊贝母、百部、红大戟、白及、薏苡仁、三七六味中药组成, 具有敛肺止咳, 清热化痰之功效, 用于治疗肺癆(空洞型肺结核)。其中伊贝母为君药, 因此我们采用薄层扫描法对伊贝母中的西贝碱进行了含量测定。

## 1 仪器与试剂

**1.1 仪器** 薄层扫描仪(瑞士 CAMAG II), 薄层点样仪(瑞士 CAMAG Nanomat II), 定量点样毛细管 1、2.5 $\mu$ l(瑞士 CAMAG)。

**1.2 试剂** 硅胶 G(青岛海洋化工厂)、西贝碱对照品(中国药品生物制品检定所)速抗结核胶囊(河南中医学院一附院制剂中心)、所用试剂均为分析纯。

## 2 实验条件

**2.1 薄层色谱条件** 展开剂: 醋酸乙酯-甲醇-氨水(20:1:1); 显色方法: 喷以稀碘化铋钾溶液。

**2.2 薄层扫描条件**  $\lambda = 476\text{nm}$ , 狭缝  $0.4 \times 0.4\text{mm}$ , 单波长线性扫描。

## 3 方法与结果

**3.1 对照品溶液的制备** 精密称取西贝碱对照品, 加甲醇制成每毫升含 0.4mg 的溶液, 即得。

**3.2 线性关系考察** 精密吸取浓度为 0.41mg/ml 的西贝碱溶液 1、2、3、4、5 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-甲醇-氨水(20:1:1)为展开剂, 展开, 喷以稀碘化铋钾溶液显色, 在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板, 周围用胶布固定, 依法扫描, 测定, 以点样量为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 得线性回归方程  $A = 409.45 + 694.50C$ ,  $r = 0.9993$ , 线性范围在 0.41~2.05 $\mu$ g 范围内线性关系良好。

**3.3 供试品溶液的制备** 取本品 2g, 研细, 精密称

定, 加氨水 1ml 湿润, 精密加入氯仿 20ml, 超声提取 30min, 滤过, 滤渣及器皿用氯仿洗涤 3 次, 每次 10ml, 合并滤液及洗液, 蒸干, 残渣加甲醇溶解, 并转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

**3.4 空白试验** 按处方依法制备缺伊贝母空白对照药, 照 3.3 项下方法制备空白对照液, 依法点样, 展开, 显色, 扫描, 其色谱中在与西贝碱对照品相对应的位置上无吸收峰, 提示空白无干扰, 见图 1。

**3.5 稳定性试验** 取供试品溶液 5 $\mu$ l 点于薄层板上, 依法展开、显色, 在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板, 周围用胶布固定后, 每间隔 1h 扫描测定 1 次, 结果表明, 斑点在 5h 内稳定。RSD = 1.26%。

## 3.6 精密度试验

**3.6.1 同板精密度** 取同一供试品溶液在同一硅胶 G 薄层板上点 5 次, 每次 5 $\mu$ l, 依法展开、显色、测定。结果 RSD = 1.86%。

**3.6.2 异板精密度** 取同一供试品溶液在 5 块硅胶 G 薄层板上分别点样 5 $\mu$ l, 展开、显色、测定。结果 RSD = 2.33%。

**3.7 重复性试验** 称取(20010510)批样品 6 份, 分别依法制备成供试品溶液, 吸取供试品溶液 5 $\mu$ l, 对照品溶液 2.5 $\mu$ l, 依法点样, 展开, 显色, 测定, 结果为 0.76、0.76、0.72、0.78、0.75、0.73mg/g,  $X = 0.75\text{mg/g}$ , RSD% = 2.92( $n=6$ )。

**3.8 回收率试验** 用加样回收法测定, 取本品(含量为 0.75mg/g), 研细, 称取 5 份, 每份 2g, 精密称定, 分别精密加入西贝碱对照品约 1.5mg, 按供试品溶液制备方法操作, 转移至 10ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 制成加样供试品溶液。按含量测定方

(上接第 17 页)

法测定其含量, 平均回收率为 97.85% ( $n = 5$ ,  $RSD = 2.36\%$ )。扫描测定, 结果见表 1。

表 1 西贝碱加样回收率测定结果

取样量 (g)	样品已知 含量(mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
2.0012	1.50	1.47	2.93	97.3		
2.0008	1.50	1.53	3.05	101.3		
2.0016	1.50	1.55	3.05	100.0	99.84	1.93
2.0004	1.50	1.51	3.04	102.0		
2.0001	1.50	1.43	2.91	98.6		

**3.9 样品测定** 吸取上述供试品溶液 5 $\mu$ l, 对照品溶液 2.5 $\mu$ l, 分别交叉点于同一薄层板上, 依法展开, 显色, 进行扫描测定, 结果见表 2。

表 2 样品测定结果( $n = 3$ )

批号	含量(mg/g)
20010510	0.75
20010516	0.86
20010522	0.82

## 4 讨论

伊贝母含有西贝碱(sipeimine)、新贝甲素(sinpeinine A)、新贝甲素(sinpeinine B)及新贝甲素(sinpeinine C)等生物碱类成分, 其中以西贝碱含量为高<sup>[1]</sup>。经试验, 我们选用西贝碱作为含量测定的指标性成分, 方法简单、准确, 有效地控制了产品的质量。

## 参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典注释委员会. 中华人民共和国药典注释选编[M]. 广州: 广东科技出版社. 1993. 67.