

薄层扫描法对心安胶囊中人参二醇的含量测定

闫雪生, 孙 蓉, 李 岩

(山东省中医药研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 目的: 测定心安胶囊中人参二醇的含量。方法: 甲醇提取心安胶囊内容物, 用 7% H₂SO₄ 45% 乙醇溶液水解 3h, 石油醚 (60~ 90 °C) 提取, 过中性氧化铝柱, 甲醇洗脱, 薄层扫描法测定。结果: 测定方法的平均加样回收率为 97.58%, RSD = 2.78%。结论: 本法可以用于该药的质量控制。

关键词: 心安胶囊; 人参二醇; 薄层扫描; 含量测定

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2004)01-0012-02

心安胶囊是由人参、麦冬、黄连、蜈蚣等九味中药制成的复方制剂, 具有益气养阴, 降火熄风, 宁心复脉的作用。方中人参为君药, 曾利用高效液相色谱法测定人参皂甙 Rg1、Re、Rb1, 由于其他成分干扰无法测定。故参照文献^[1], 通过水解等方法处理样品, 以薄层扫描法测定人参二醇含量, 制定了该制剂的含量测定方法。

1 仪器和试剂

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(Drumond scientific Co.); 薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂); 人参二醇对照品(中国药品生物制品鉴定所); 心安胶囊(山东省中医药研究所); 其他试剂均为分析纯。

2 试验方法

2.1 对照品溶液的制备 取人参二醇对照品适量, 精密称定, 加氯仿制成每毫升含 1.0mg 的溶液。

2.2 供试品溶液的制备 取本品胶囊内容物 2g, 精密称定, 置圆底烧瓶中, 准确加入甲醇 50ml, 称定重量, 加热回流 2h, 放冷, 称重, 用甲醇补足损失的重量, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 准确量取续滤液 25ml, 置圆底瓶中, 蒸干甲醇, 加 7% H₂SO₄ 45% 乙醇溶液, 加热回流 3h, 放冷, 转入分液漏斗中, 用水 10ml 和石油醚(60~ 90 °C) 20ml 交替分次洗涤容器, 并入分液漏斗中, 振摇, 分取石油醚液, 水液再用石油醚(60~ 90 °C) 提取 4 次, 每次 20ml, 合并石油醚提取液, 加入 0.5% NaOH 溶液 10ml, 振摇, 弃去碱液, 再用水洗涤两次, 每次 10ml, 弃去水液, 水浴蒸干石油醚液, 残渣用甲醇 2ml 溶解并分次移入已处理好的中性氧化铝

柱(内径为 0.9cm, 中性氧化铝 1g, 湿法装柱, 用甲醇约 10ml 预洗)上, 用甲醇 20ml 洗脱, 收集洗脱液, 水浴蒸干, 残渣加氯仿溶解, 定量移至 2ml 量瓶内, 并稀释至刻度, 摇匀即得。

2.3 阴性对照溶液的制备 取缺人参药材的阴性对照品 2g, 按供试品溶液制备方法, 制得阴性对照溶液。

2.4 薄层层析与扫描 吸取供试品溶液 5 μ l 对照品溶液 1 和 3 μ l, 分别点于同一用 0.3% 羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以苯-丙酮(5:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 100 °C 烘约 5min, 至斑点显色清晰, 在薄层板上覆盖同样大小玻璃板, 周围用胶布固定, 照薄层色谱法进行扫描, 波长 $\lambda_e = 530\text{nm}$, $\lambda_r = 700\text{nm}$, 测量供试品和对照品吸收度积分值, 计算, 即得。

3 试验结果

3.1 专属性考察 分别吸取供试品、对照品、阴性对照品溶液 2 μ l, 按上述方法进行测定, 结果表明, 阴性对照溶液对人参二醇峰的测定无干扰。

3.2 线性考察 精密吸取对照品溶液(1.02mg/ml) 1 2 3 4 5 μ l 分别点于同一薄层板上, 按上述方法进行测定。以峰面积积分值 A 为纵坐标, 点样量 C (μ g) 为横坐标, 进行回归分析, 得回归方程 $A = 2240.75 + 7920.71C$, $r = 0.9974$, 人参二醇点样量在 1.02~ 5.1 μ g 范围内与峰面积积分值呈良好的线性关系。

3.3 稳定性考察 按上述方法实验, 每隔 30min 测定人参二醇斑点的峰面积积分值。结果, 在 2h 之内基本稳定。

3.4 精密度考察 在同一薄层板上, 将同一供试品

溶液连续点 5 个点,按上述方法进行测定,测定各人参二醇斑点的峰面积。结果,同板精密度 $RSD = 1.35\%$;将同一供试品溶液点于不同的 5 块薄层板上测定。结果,异板精密度 $RSD = 2.73\%$ 。

3.5 重复性考察 精密称取同一批号(010305)的 5 份供试品,按上述方法进行测定。结果,平均为 0.0726% , $RSD = 1.95\%$ 。

3.6 加样回收试验 取 5 份供试品,每份 1g,精密称定,各精密加入人参二醇对照品溶液(0.81mg/ml),按上述方法测定。结果,平均回收率为 97.58% , $RSD = 2.78\%$ 。见表 1。

表 1 加样回收试验

样号	取样量(g)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)
1	1.0586	0.81	1.546	95.93
2	0.9763	0.81	1.503	98.02
3	0.9851	0.81	1.541	101.98
4	1.1003	0.81	1.568	94.94
5	1.2814	0.81	1.716	97.04

3.7 供试品测定 按上述方法测得不同批号(010305,010322,010510)心安胶囊中人参二醇含量见表 2。

表 2 不同批号心安胶囊的人参二醇含量($n = 5$)

批号	含量(%)
010305	0.0726
010322	0.0554
010510	0.0480

4 讨论

人参二醇为 20s- 原人参二醇型人参皂苷水解后的皂苷元。水解程度主要与溶液 pH、温度、水解时间有关,经实验比较,在酸浓度一定的条件下,加热回流 3h 较好。人参二醇易溶于乙醚、氯仿、石油醚($60\sim 90\text{ }^\circ\text{C}$),通过实验分析,以石油醚($60\sim 90\text{ }^\circ\text{C}$)作为提取溶媒最好,提取杂质较少,用碱液洗涤时不宜乳化。在转移水解液时,水与石油醚($60\sim 90\text{ }^\circ\text{C}$)交替洗涤容器,可使水解产物转移的更完全。

在供试品溶液制备过程中,石油醚($60\sim 90\text{ }^\circ\text{C}$)提取液中仍存在一些杂质,干扰测定。故利用氧化铝柱吸附杂质,并通过洗脱溶媒种类、体积进行考察,确定以 20ml 甲醇洗脱最佳。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 321.