

# 薄层扫描法测定蒙药沙日毛都-8 中栀子苷 和盐酸小檗碱的含量

屈爱桃, 孙利明, 宋显荣  
(内蒙古医学院药理学系, 呼和浩特 010059)

**摘要:** 采用薄层扫描法测定蒙药沙日-毛都-8 中栀子苷和盐酸小檗碱的含量, 栀子苷平均回收率 99.80% ( $RSD: 1.09\%$ ), 盐酸小檗碱平均回收率为 100.2% ( $RSD: 0.980\%$ ) 方法快速准确, 样品处理简便, 易行。

**关键词:** 沙日-毛都-8; 栀子苷; 盐酸小檗碱; 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)03-0012-02

沙日-毛都-8 是由栀子, 黄柏, 芫荽, 黑云香等八味药组成, 主要用于治疗肾热, 尿路感染带血等症<sup>[1]</sup>。部颁标准<sup>[1]</sup>对其有效成分的含量测定未作规定, 作者也未见文献报道。本文采用薄层扫描法测定蒙成药沙日-毛都-8 中有效成分栀子苷及小檗碱的含量, 在同一块薄层板上对栀子苷和小檗碱定性又定量。方法简便快速, 结果准确, 为蒙成药沙日-毛都-8 的质量控制提供了可靠依据。

## 1 仪器与药品

CS-930 型双波长(日本岛津); PBQ-1 型薄层自动铺板器; 定量毛细管(美国 Drummond 公司); 硅胶 GF<sub>254</sub>(青岛海洋化工厂); 所有试剂均为分析纯; 栀子苷、盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所); 沙日-毛都-8(批号 1、2 内蒙古乌兰浩特市中蒙药厂生产, 批号 3 内蒙古中蒙医院生产, 批号 4 为按处方配比的自制品所有蒙药材均由内蒙古医药公司购买, 由本系中草药教研室鉴定。

## 2 实验方法与结果

**2.1 薄层层析与扫描条件** 硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板, 展开剂为苯-醋酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨水(12: 6: 4: 4:

0.5); 饱和 10min 上行展开 18cm, 自然挥干, 在紫外灯(254nm)下定位, 栀子苷在  $\lambda_c = 238\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 370\text{nm}$ ; 小檗碱在  $\lambda_c = 345\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 370\text{nm}$  处双波长反射法锯齿扫描测定。用外标两点法计算。

**2.2 供试品溶液的制备** 取本品细粉 1.0g, 精密称定, 置索氏提取器中用无水乙醇提取至无色, 减压回收溶剂, 残渣以无水乙醇溶解并稀释至 10ml, 即得。

**2.3 对照品溶液的制备** 分别精密称取栀子苷、盐酸小檗碱适量, 加无水乙醇分别制成 0.566mg/ml 及 0.967mg/ml 的对照品溶液。

**2.4 阴性对照液的制备** 分别精密称取不含栀子的样品粉、不含黄柏的样品粉适量, 按供试品溶液制备项下操作, 分别得到栀子、黄柏的阴性对照液即栀子(-)、黄柏(-)。

**2.5 定性鉴别** 在同一薄层板上分别点上对照品溶液、供试品溶液、空白溶液(1)、空白溶液(2)各 6 $\mu$ l。按 2.1 所述条件展开、扫描, 结果见图 1。

**2.6 标准曲线的制备**

**2.6.1 栀子苷标准曲线的制备** 用定量毛细管精密吸取栀子苷对照品溶液 1、2、3、4、5、6、7、8、9、10 $\mu$ l 分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 按 2.1 所述条件

展开、扫描、测定各斑点积分面积值。结果点样量在 0.556 ~ 5.66 μg 范围内与积分面积值呈线性关系方程为:  $Y = 6695.47X - 623.03$ ,  $r = 0.9997$

**2.6.2 盐酸小檗碱标准曲线的制备** 用定量毛细管吸取盐酸小檗碱对照品溶液 1、2、3、4、5、6、7、8、9、10 μl 分别点于同一薄层板上,按 2.1 所述

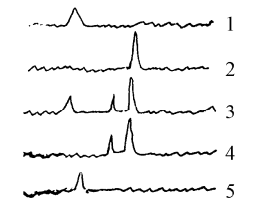
条件展开、扫描、测定各斑点积分面积值,点样量在 0.967—9.67 μg 范围内与积分面积呈线性关系回归方程为:  $Y = 8730.20X + 6885.27$ ,  $r = 0.9994$

**2.7 精密度试验** 将栀子苷和盐酸小檗碱对照品溶液各 6 μl 分别点于各自的 5 块薄层板上,测定各点积分面积,计算板间 RSD 分别为 0.62% 和 0.73%。

**2.8 稳定性试验** 分别精密吸取栀子苷、盐酸小檗碱对照品溶液各 3 μl 点于同一板上按上述条件展开后,分布在 0、15、30、45、60、120 min 对二斑点进行扫描,结果栀子苷和盐酸小檗碱在 2 h 内斑点峰面积均稳定,  $RSD = 1.86\%$ 。

**2.9 加样回收率实验** 分别精密称取已知含量的样品适量,分别精密加入一定量的栀子苷对照品,按试品溶液的制备和测定项下操作,测得栀子苷的平均回收率为 99.80%,  $RSD$  为 1.09%。同理测得盐酸小檗碱的平均回收率为 100.2%,  $RSD$  为 1.12%,结果详见表 1、表 2。

**2.10 样品含量测定** 精密吸取供试品溶液 12 μl,栀子苷对照液 3 μl、4 μl 盐酸小檗碱对照液 2 μl、3 μl 点于同一薄层板上,展开、扫描测定。用外标两点法计算样品中栀子苷和盐酸小檗碱的含量。结果:栀子苷为 1.818, 1.821, 1.821, 1.804 (mg/g); 盐酸小檗碱 (mg/g) 1.930, 1.971, 1.922, 1.946。



1. 栀子苷对照品 2. 盐酸小檗碱对照品 3. 供试品  
4. 栀子(-) 5. 黄柏(-)  
图 1 栀子苷和盐酸小檗碱薄层扫描仪图

表 1 栀子苷回收率测定结果

序号	样品含量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.156	0.5660	2.725	100.5		
2	2.158	0.5660	2.722	99.68		
3	2.146	0.5660	2.714	100.4	99.80	1.09
4	2.148	0.5660	2.706	98.58		
5	2.160	0.5660	2.725	99.82		

表 2 盐酸小檗碱回收率测定结果

序号	样品含量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.328	0.9670	3.295	100.1		
2	2.330	0.9670	3.310	101.3		
3	2.325	0.9670	3.295	100.3	100.2	0.98
4	2.326	0.9670	3.293	99.98		
5	2.332	0.9670	3.294	99.50		

### 3 讨论

实验表明样品用无水乙醇回流提取栀子苷、盐酸小檗碱的平均回收率分别为 99.80%、100.2%。因此确定溶剂用无水乙醇。

经多次实验最后确定以苯-醋酸乙脂-异丙醇-甲醇-浓氨水(12:6:4:4:0.5)为展开剂,分离效果最佳,尤其浓氨水的加入量对分离结果影响较大,故应准确加入。

#### 参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药品委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准. 蒙药分册[S], 1998. 161.