

妇阴舒泡腾片中小檗碱的含量测定

张俊英, 赵小燕, 张永安 (河南省宛西制药股份有限公司, 河南 西峡 474550)

摘要: 用薄层扫描法测定妇阴舒泡腾片中小檗碱的含量, 方法简单, 可靠, 平均回收率 98.1%, $RSD = 1.65\%$ 。

关键词: 妇阴舒泡腾片; 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(2002)04-0011-02

Determination of Berberine in *Fuyinshu* Effervescent Tablet

ZHANG Jun-ying, ZHAO Xiao-yan, ZHANG Yong-an

(Wanxi Pharmaceutical Company Ltd., Xixia 474550, China)

Abstract: The content of berberine in *Fuyinshu* effervescent tablet was determined by TLC scanning method. The average recovery and RSD were 98.1% and 1.65% respectively.

Key words: *Fuyinshu* effervescent tablet; Berberine; TLC scanning method

妇阴舒泡腾片是由黄柏、大黄、紫草、丹参等八味中药组成, 其中黄柏为君药, 占处方 20%。为了控制产品质量, 我们采用双波长锯齿扫描法对妇阴舒泡腾片中小檗碱进行了含量测定, 得到满意效果。

1 仪器与试药

岛津 CS-9301 型薄层扫描仪、微量注射器(上海注射器三厂)、硅胶 G(青岛海洋化工厂)、乙醚、甲醇、正丁醇、冰醋酸等所用试剂均为分析纯; 妇阴舒泡腾片(自制); 盐酸小檗碱对照品, 由中国药品生物制品鉴定所提供(供含量测定用)。

2 实验方法与结果

2.1 样品液的制备

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品 10 片, 精密称定, 研细。取细粉 1.5g, 精密称定, 加硅藻土 1.5g, 研匀, 置索氏提取器中, 加乙醚 60ml, 加热回流 2h, 弃去乙醚液, 残渣挥去乙醚加甲醇 60ml, 回流提取 4h, 回收提取液至约 10ml, 用盐酸-甲醇(1:100, V/V)定量转移至 25ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。^[1]

2.1.2 黄柏药材对照溶液的制备 取黄柏药材细粉约 0.5g, 精密称定, 模拟供试品溶液的制备方法得黄柏药材对照溶液。

2.1.3 对照品溶液的制备 精密称取盐酸小檗碱 2.5mg, 以甲醇溶液定容于 10ml 量瓶中, 作为对照品溶液, 其浓度为 0.25mg/ml。

2.1.4 缺黄柏空白对照液的制备 按处方比例称取除黄柏以外其它药材, 模拟本品的制备工艺和供试品溶液的制备方法制成缺黄柏空白对照液。

2.2 分析条件

2.2.1 薄层层析条件

薄层板: 0.3% CMC-Na 硅胶 G 板, 20cm × 20cm × 0.4mm, 105℃活化 30 分钟后, 置干燥器中备用。

展开剂: 正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2, V/V)。

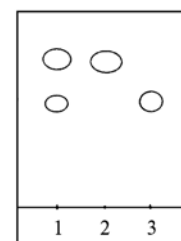
检视: 紫外灯(365nm)下观察定位。

样品在上述条件下, 分离效果较理想, 小檗碱斑点圆而清晰, 前后分离完全, R_f 值适中($R_f = 0.50$), 见图 1。

2.2.2 薄层扫描条件 测定波长 $\lambda_s = 350\text{nm}$, 参比波长 $\lambda_r = 310\text{nm}$, 狭缝 0.4mm × 0.4mm, 线性化参数 $S_x = 3$, (反射法)锯齿扫描。^[3]

2.3 空白试验 取供试品溶液, 对照品溶液, 及缺黄柏空白溶液点于同一薄层板上, 按选定的条件展开, 晾干后, 在紫外光(365nm)灯下定位, 于 $\lambda_s = 350\text{nm}$, $\lambda_r = 310\text{nm}$ 波长下, 分别对各斑点进行扫描, 缺黄柏空白在小檗碱相应位置上无明显吸收, 基本为一直线。这表明在该条件下测定小檗碱的含量, 其它药味无明显干扰。

2.4 线性关系考察 精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液 1、2、3、4、5、6 μl , 分别点于同一薄层板上, 按上



1. 供试品
2. 对照品
3. 阴性对照

图 1 样品中小檗碱的 TLC 图

述条件进行展开,晾干。扫描测定,以点样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线。回归方程为 $Y = 1148.5X - 23.91$, $r = 0.9997$ 。线性范围 $0.25 \sim 1.50 \mu\text{g}$ 。

2.5 精密度试验 分别精密吸取相同浓度的盐酸小檗碱对照品溶液,各点于5块薄层板上,每块薄层板上点6个相同量的点,按上述条件展开,扫描测定,分别计算同板及异板间的精密度,同板均值(积分值)为1025.3, $RSD = 1.91\%$,异板均值(测定值)为 $0.639 \mu\text{g}$, $RSD = 1.38\%$ 。

2.6 稳定性试验: 对层析,挥干溶剂后的样品中盐酸小檗碱斑点每隔0.5h测定一次,连续测定6次,结果样品在2.5h内是稳定的, $RSD = 2.08\%$ 。

2.7 重现性试验: 按照试验方法对同一批号样品(990307)平行测定6次,得平均值为 2.55mg/片 , $RSD = 3.33\%$ ($n = 6$)。

2.8 样品的测定: 精密吸取供试品溶液 $5 \mu\text{L}$,对照品溶液 $2 \mu\text{L}$ 、 $4 \mu\text{L}$,交叉点于同一块薄层板上,依法测定,以外标二点法计算含量,结果见下表1($n = 3$)。

表1 样品测定结果($n = 3$)

批号	含量(mg/片)	RSD(%)
970312	2.90	3.33
970517	2.41	3.31
980701	2.67	2.81
980702	2.83	3.50
980703	2.70	2.72
990307	2.55	1.34
990315	2.46	3.63
990328	2.60	2.57
990401	2.13	1.83
990418	2.27	2.43

2.9 加样回收率试验: 取已知含量的妇阴舒泡腾片样品(批号990307,平均片重为 1.1872g)约 0.75g ,精密称定,平行称取5份,分别加入一定量的盐酸小檗碱,按“供试品溶液制备方法”项下操作,依法测定并计算回收率,结果见下表2。

表2 加样回收率测定结果($n = 5$)

称样量(g)	样品中含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
0.7503	1.612	1.600	3.192	98.8		
0.7494	1.610	1.600	3.140	95.6		
0.7512	1.614	1.600	3.215	100.1	98.1	1.65
0.7508	1.613	1.600	3.180	97.9		
0.7511	1.613	1.600	3.182	98.1		

3 讨论

供试品溶液制备利用甲醇提取,1%盐酸甲醇混合液定容是参考药典和有关文献^[1,2]中同类成分的提取方法确定的。文献中对小檗碱的提取多采用甲醇索氏提取或盐酸-甲醇(1:100)回流提取,本品供试品溶液的制备将2种提取溶剂相结合,甲醇提取后,再用1%盐酸甲醇混合液定容,使样品中的小檗碱充分转化为盐酸小檗碱,本法制备的供试品溶液具有较好的澄明度。

参考文献:

[1] 王宝葵,中成药品质量标准与标准物质研究[M],中国医药科技出版社,1994.145,150,610.

[2] 中华人民共和国药典一部[S].北京:人民卫生出版社,1995.273.

[3] 贾元印,赵瀚年,勾建刚.薄层扫描法测定石斛夜光丸中小檗碱的含量[J].中成药,1995,17(8):17.