

薄层扫描测定结石康胶囊中延胡索乙素含量

熊维政

(河南羚锐制药股份有限公司, 河南 新县 465550)

摘要: 目的: 测定结石康胶囊中延胡索乙素的含量。方法: 样品经适当提取后点于硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇- 乙酸乙酯 (20: 17) 为展开剂, 检测波长为 $\lambda = 510\text{nm}$, $\lambda_r = 600\text{nm}$ 。结果: 平均回收率为 96.6%。RSD = 0.89%。结论: 本方法灵敏、准确、专属性好, 可作为该制剂的含量测定及质量控制。

关键词: 薄层扫描法; 结石康胶囊; 延胡索乙素

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)02-0010-02

Quantitative Analysis of Tetrahydropalmatine in *Jieshikang* Capsule by TLC-scanning Method

XIONG Wei-zheng

(Henan Lingrui Pharmaceutical Co., Ltd. Henan Xinxian 465550, China)

Abstract: Objective: To establish the quantitative determination method of tetrahydropalmatine in *Jieshikang* capsule. Methods: TLC-scanning method, silica gel G thin plate, developing system: n-butanol: ethyl acetate (20: 17), scanning wavelength: $\lambda = 510\text{nm}$, $\lambda_r = 600\text{nm}$. Results: The average recovery and RSD were 96.6% and 0.89%, respectively. Conclusion: The method were sensitive, accurate and specific.

Key words: TLC-scanning method; *Jieshikang*; tetrahydropalmatine

结石康胶囊是由三叶青、广金钱草、海金沙、预知子、延胡索、威灵仙、毛柱铁线莲、乌药、三棱、鸡内金等十味中药组成, 具有清热利湿、益气活血、利尿排石的功能。方中延胡索, 具有活血、理气、止痛功能^[1], 在方中起重要作用。延胡索主要成分为延胡索乙素, 含量高, 易控制, 可选为定量指标, 经实验对比, 以薄层扫描法进行测定^[2]。结果准确可靠, 专属性强, 可作为该制剂的质控方法。

1 仪器与试剂

SC-930 型薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管 (USA Drummond Scientific Co.); 939 型全自动薄层制板器(重庆贝可得公司)。

薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂); 延胡索乙素对照品(中国药品生物制品检定所); 结石康胶囊(自制); 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取延胡索乙素对照品适量, 加甲醇溶解, 稀释并制成每 1 毫升含 0.664mg 的溶液, 即得。

2.2 供试品溶液的制备 取结石康胶囊内容物约

8g, 精密称定, 置带塞三角瓶中, 加硅藻土 4g, 摇匀, 加浓氨水 6ml, 润湿 20min, 加乙醚 50ml, 振摇几分钟, 避光室温浸渍 24h, 时时振摇, 倾出乙醚液, 药渣加乙醚洗涤 3 次, 每次 10ml, 合并乙醚液置水浴上低温蒸干。残渣加甲醇溶解, 置 5ml 量瓶中并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 薄层色谱条件 展开剂: 正丁醇-醋酸乙酯(20: 17); 显色剂: 稀碘化铋钾溶液; 扫描波长: $\lambda = 510\text{nm}$, $\lambda_r = 600\text{nm}$; 扫描方式: 双波长反射法锯齿扫描; 吸附剂: 硅胶 G。

2.4 薄层层析与扫描 精密量取对照品溶液 2 μ l 和 4 μ l、供试品溶液 5 μ l、阴性对照溶液 5 μ l(不含延胡索药材的处方同法制成的供试品溶液), 交叉点于同一以 0.5% 羧甲基纤维素钠为粘和剂的硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-醋酸乙酯(20: 17) 为展开剂, 另槽加入等体积的浓氨试液, 预平衡 15min, 展开, 取出, 晾干, 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、计算延胡索乙素的含量。

2.5 线性关系的考察 精密量取对照品溶液 (0.664mg/ml) 1、2、3、4 和 5 μ l, 分别点于同一薄层板上, 按上述条件进行薄层层析与扫描测定, 以点样量 C(μ g) 为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 进行回归

分析,得回归方程 $Y=6596.9A-1878.7$, $r=0.9997$ 。延胡索乙素在 0.6- 3.3 μg 之间呈未通过原点的直线,故用外标两点法定量。

2.6 稳定性考察 吸取对照品溶液 3 μL , 点于硅胶 G 薄层板上,展开,显色,每隔 30min 扫描测定 1 次,结果 2h 内测定结果稳定, $RSD=1.4\%$ 。

2.7 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,按上述方法试验,测定各延胡索乙素斑点的峰面积。峰面积积个值的 $RSD=1.76\%$ 。

2.8 重复性试验 精密称取 5 份供试品,按上述方法平行试验,测定平均含量。结果,含量平均值为 0.017%, $RSD=3.15\%$ 。表明本测定方法重复性较好。

2.9 回收率试验 精密称取已知含量的样品,定量精密加入延胡索乙素对照品,按上述试验方法操作,显色扫描测定、计算(表 2)。结果表明本方法回收率较好。

表 1 回收率试验结果

编号	样品含量 mg/g	取样量 (g)	添加量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.194	4.0778	0.882	1.638	96.0	96.61	0.89
2	0.194	3.7270	0.882	1.568	95.8		
3	0.194	3.8892	1.176	1.898	97.2		
4	0.194	4.1428	1.176	1.941	96.7		
5	0.194	4.2397	1.470	2.230	95.7		
6	0.194	7.5490	1.470	2.907	98.1		

2.8 供试品测定 按上述方法测得不同批号结石康胶囊的延胡索乙素含量(表 4)。

表 4 不同批号结石康胶囊的延胡索乙素含量($n=3$)

批号	平均含量(mg/粒)	RSD (%)
000616	0.067	1.47
000617	0.064	2.36
000618	0.072	2.11
000619	0.065	1.53

3 讨论

3.1 制备条件 供试品溶液的制备中,根据延胡索乙素受热遇光易氧化变质及游离碱在乙醚中有较好溶解度的性质^[2],采用氨水碱化使之转变成游离碱而溶于乙醚中。因本品内容物中含浸膏,为防止加氨水结块,故加氨水前用硅藻土使之分散,再加乙醚浸渍。经考察提取 24h 后的浸提液经薄层检视未见延胡索乙素斑点,表明浸 24h 即可提取完全。

3.2 显色方法 延胡索乙素的含量测定方法,有不经显色的直接薄层扫描法^[3]及采用碘蒸汽或碘化铋钾显色的薄层扫描法^[2,4]。如用前两种方法测定阴性干扰峰较大,用稀碘化铋钾显色灵敏、专属性强,无干扰。

参考文献:

- [1] 黄泰康.常用中药成分与药理手册[M].北京中国医药科技出版社,1994.879.
- [2] 张桂燕.薄层扫描法测定沉香舒气丸中延胡索乙素的含量[J].中成药,1992,14(2):13-14.
- [3] 王义海.氧化铝薄层扫描法对胃特灵片中延胡索乙素的含量测定[J].药物分析杂志,1990,10(4):239-400.
- [5] 何丽一.延胡索乙素的薄层光密度法测定[J].中草药,1981,12(5):8-10.