

薄层扫描法测定胃肠舒胶囊中盐酸小檗碱的含量

柯雪红¹, 陈 为¹, 候秋红², 孙亦群¹

(1 广州中医药大学第一附属医院, 广州 510405; 2 广州粤华制药厂, 广州 510650)

摘要: 采用薄层扫描法测定胃肠舒胶囊中盐酸小檗碱的含量, 盐酸小檗碱平均回收率 96.34% ($RSD=2.12\%$)。方法快速、准确, 样品处理简便、易行。

关键词: 胃肠舒; 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(2002)01-0003-02

胃肠舒胶囊由黄连、葛根、十大功劳、白花蛇舌草等中药组成, 具有清热利湿, 调中止泻, 解毒治痢。用于湿热、腹痛、急性胃肠炎等。方中黄连为君药, 其主要成分为盐酸小檗碱。本文参考药典黄连项下

建立了用薄层扫描法测定胃肠舒胶囊中盐酸小檗碱的含量。

1 仪器与药品

CS-9301PC 薄层扫描仪(日本岛津); 电子分析天平(瑞士梅特勒公司 AE-200 型); 定量毛细管(日本); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 盐酸小檗碱对照品

收稿日期: 2001-05-28

(中国药品生物制品检定所提供);所用试剂均为国产分析纯;胃肠舒胶囊(本院制剂);阴性样品(按处方工艺制得缺黄连的空白样品)。

2 实验方法与结果

2.1 薄层层析与扫描条件 硅胶G薄层板,展开剂为苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3),另槽加入等体积的浓氨试剂,预平衡15min后,上行展开8cm,自然挥干,在 $\lambda_s=334\text{nm}$ (盐酸小檗碱最大吸收波长)处单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0.02g,精密称定,置10ml锥形瓶中,精密加入盐酸-甲醇(1:100)10ml,精密称定。60℃水浴中加热15min,取出,加热超声处理30min,室温放置过夜,用甲醇加至原来重量,摇匀,滤过。取续滤液作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取盐酸小檗碱对照品适量,加甲醇制成每ml含0.05mg的对照品溶液。

2.4 空白试验 分别取缺黄连阴性对照适量,按供试品溶液制备的方法制得空白对照液。在同一薄层板上分别点上述三种溶液各5 μl ,按样品测定项下的方法展开、扫描,结果阴性对照对测定无干扰。

2.5 标准曲线的制备 用定量毛细管精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液1、2、3、4、5 μl 分别点于同一硅胶G薄层板上,按上述条件展开、扫描、测定各斑点积分面积。以测得的积分面积为横坐标,以点样量(μg)纵坐标,得到盐酸小檗碱回归方程为 $Y = -0.0795 + 0.0002293X$ $r = 0.9996$ 表明盐酸小檗碱在0.056~0.28(μg)之间,线性关系良好,曲线不通过原点。

2.6 精密度试验 在同一薄层板上分别点5个上述对照品溶液各2 μl ,按上述条件展开、扫描、测定,各斑点积分面积的平均值827.44, $RDS = 2.78\%$,表明同一薄层板精密度良好;对点样量为2 μl 的同一对照斑点重复扫描5次,各次测得积分面积的平均值830.50, $RDS = 0.69\%$,表明仪器精密度良好。

2.7 稳定性实验 精密吸取对照品溶液2 μl ,按上述条件展开后分别在0、15、30、45、60min对同一斑点进行扫描,结果盐酸小檗碱在1h内斑点峰面积基本稳定。 $RSD = 4.05\%$ 。

2.8 重现性试验 精密称取同批样品5份,按供试品溶液的制备和测定项下平衡试验,测得样品中盐酸小檗碱的含量为21.15mg/g $RDS = 1.53\%$ 。

2.9 加样回收率实验 精密称取已知含量的样品适量,精密加入一定量的盐酸小檗碱对照品,按供试品溶液的制备和测定项下操作,结果见表1。平均回收率96.34%, $RDS = 2.12\%$ 。

表1 盐酸小檗碱回收率测定结果(n=3)

样品号	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.216	0.224	0.423	95.54
2	0.234	0.224	0.447	95.09
3	0.226	0.224	0.449	99.55
4	0.205	0.224	0.423	97.32
5	0.228	0.224	0.431	94.20

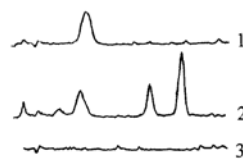


图1 盐酸小檗碱薄层扫描仪图

1. 盐酸小檗碱对照品; 2. 样品; 3. 缺黄连阴性对照

2.10 样品测定 用毛细管分别精密吸取对照品溶液1 μl , 3 μl 和第三批样品溶液2 μl ,按上述条件展开、扫描、测定,用外标两点法计算盐酸小檗碱的含量,结果三批不同批号的样品含盐酸小檗碱分别为20.77、19.81和22.46mg/g。

3 讨论

试验结果表明样品经超声波处理0.5、1h提取所测得的盐酸小檗碱含量基本一致,由此可将提取时间定为0.5h。用CS-9301PC薄层扫描仪紫外检测器进行了盐酸小檗碱波长扫描,确定最大量紫外吸收波长为334nm。