

贝乐欣胶囊中贝母甲素和贝母乙素的含量测定

刘 斌, 石任兵, 周 莹, 周建芳
(北京中医药大学中药学院, 北京 100029)

摘要: 采用薄层扫描法测定贝乐欣胶囊中贝母甲素和贝母乙素的含量。结果表明贝母甲素和贝母乙素的线性范围分别为 1.99~ 9.95 μ g 和 2.00~ 10.00 μ g, 贝乐欣胶囊中贝母甲素和贝母乙素的回收率分别为 101.5% 和 98.5%。用此方法测定了 3 批样品中贝母甲素和贝母乙素的含量。

关键词: 贝乐欣胶囊; 贝母甲素; 贝母乙素; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)04-0008-03

Determination of Peimine and Peiminin in *Beilexin* Capsule

LIU Bin, SHI Ren-bin, ZHOU Ying, ZHOU Jianfang

(Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029)

Abstract: The contents of peimine and peiminin in *Beilexin* capsule were determined with TLCS. The results showed that the linear range was 1.99 μ g~ 9.95 μ g for peimine and 2.00 μ g~ 10.00 μ g for peiminin, respectively. This method was used to determine peimine and peiminin in *Beilexin* capsule with recovery of 101.5% and 98.5%, respectively. The contents of peimine and peiminin of three batches of samples were determined with this method.

Key words: *Beilexin* Capsule; peimine; peiminin; TLCS

贝乐欣胶囊由浙贝母、天花粉、茯苓、桔梗、胆南星、栀子等中药经提取加工而成, 具有润肺清热、理气化痰的功效, 用于小儿咳嗽痰多、呛咳、咽喉干燥、声音嘶哑等症的治疗, 疗效显著。其中浙贝母为该方君药, 贝母甲素和贝母乙素为其主要有效成分, 其含量测定方法主要为薄层扫描法^[1~4]。由于贝乐欣胶囊中其他中药成分的影响, 上述文献报道方法均不能直接用于该制剂中贝母甲素和贝母乙素的含量测定。本文通过实验研究, 建立了贝乐欣胶囊中贝母甲素和贝母乙素的含量测定方法。该方法操作简单, 重现性好, 回收率合格, 可用于贝乐欣胶囊的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂 1/10 万电子分析天平(日本岛津); 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂); CS-9000 双波长薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(Drummond Scientific Co. USA)。

贝母甲素、贝母乙素对照品购自中国药品生物制品检定所。其他药品与试剂均为分析纯。

1.2 含量测定

1.2.1 对照品溶液的制备 精密称取贝母甲素对照品 3.98mg 和贝母乙素对照品 4.00mg 于 2ml 容量瓶中, 加 CHCl_3 溶解定容。

1.2.2 样品液的制备 取贝乐欣胶囊内容物约 1g, 精密称定, 加氨水 0.5ml 润湿 15min 后, 加 20ml $\text{Et}_2\text{O}-\text{CHCl}_3$ -无水 EtOH (25: 8: 2.5), 称重, 超声提取 40min, 称重, 用溶剂补足重量, 过滤, 弃去初滤液, 取续滤液 10ml 蒸干, 残留物用 CHCl_3 溶解定容至 1ml, 作为样品液。

1.2.3 薄层层析与扫描条件 层析条件 吸附剂: 硅胶 G 薄层板; 展开剂: 环己烷-醋酸乙酯-二乙胺 (6: 4: 1); 展开方式: 上行法; 展距: 8cm; 显色剂: 改良碘化铋钾试液, 浸板。扫描条件 双波长反射法锯齿扫描, $\lambda = 495\text{nm}$, $\lambda_r = 650\text{nm}$, 狭缝 $1.2 \times 1.2\text{mm}$, $\text{SX} = 3$, 灵敏度 $\times 2$ 。

1.2.4 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按上述条件展开, 显色, 扫描测定。以对照品量为横坐标, 色谱峰峰面积积分为纵坐标作图, 得两条直线, 分别计算得回归方程。结果表明贝母甲素和贝母乙素分别在 1.99~ 9.95 μ g 和 2.00~ 10.00 μ g 范围内线性关系

良好。

1.2.5 精密度考察 取样品溶液4 μ l点样,展开,显色后,连续扫描测定5次,结果贝母甲素和贝母乙素色谱峰峰面积积分值 $RSD = 0.51\%$ 和 0.59% ; 在同一块薄层板上点5个相同量的样品溶液,展开,显色,扫描测定,结果贝母甲素和贝母乙素色谱峰峰面积积分值 $RSD = 2.20\%$ 和 1.48% ; 在5块不同的薄层板上点相同量的样品溶液,展开,显色,扫描测定,结果贝母甲素和贝母乙素色谱峰峰面积积分值 $RSD = 2.55\%$ 和 3.76% 。

1.2.6 稳定性试验 取样品溶液4 μ l点样,展开,显色后,每间隔20min扫描测定一次,共测定5次。结果贝母甲素和贝母乙素的色谱峰峰面积积分值 $RSD = 2.38\%$ 和 1.84% 。表明二者在显色后80min内稳定。

1.2.7 提取方法的考察

1.2.7.1 提取溶剂的考察 取贝乐欣胶囊内容物5份,每份约1g,精密称定,第1份加氨水0.5ml润湿15min后,加20mlEt₂O-CHCl₃-无水EtOH(25:8:2.5);第2份加氨水0.5ml润湿15min后,加20mlCHCl₃;第3份加20ml70%EtOH;第4份加20ml1%HCl;第5份加20ml0.1%HCl-EtOH。5份样品称重后,超声提取40min,称重,用相应溶剂补足重量,过滤,弃去初滤液。第4份取续滤液10ml转移至分液漏斗,浓氨水调pH10~11后,用CHCl₃萃取5次(每次5ml),合并CHCl₃萃取液,回收溶剂后用CHCl₃溶解定容至1ml。第1、2、3、5份取续滤液10ml,置蒸发皿中蒸干,其中第1、2、3份用CHCl₃溶解定容至1ml;第5份用水转移至分液漏斗,同上述第4份处理。按样品测定项下方法测定含量,结果见表1。

表1 提取溶剂的选择

样品	1	2	3	4	5
提取溶剂	Et ₂ O-CHCl ₃ -无水EtOH	CHCl ₃	70%EtOH	1%HCl	0.1%HCl-EtOH
贝母甲素(%)	0.137	0.073	0.059	0.082	0.055
贝母乙素(%)	0.056	0.032	0.032	0.052	0.034

1.2.7.2 提取方法的考察 取贝乐欣胶囊内容物3份,每份约1g,精密称定,分别用氨水0.5ml润湿15min后,加20mlEt₂O-CHCl₃-无水EtOH(25:8:2.5)。第1份超声提取40min,第2份室温浸渍24h,第3份置索氏提取器回流提取8h。以下操作同样品液的制备。按样品测定项下方法测定含量,结果见表2。

表2 提取方法的选择

提取方法	超声提取	索氏提取	浸渍提取
贝母甲素(%)	0.102	0.088	0.102
贝母乙素(%)	0.056	0.049	0.052

1.2.7.3 提取时间的考察 取贝乐欣胶囊内容物5份,每份约1g,精密称定,用氨水0.5ml润湿15min后,加20mlEt₂O-CHCl₃-无水EtOH(25:8:2.5),分别超声提取20、30、40、50、60min。以下操作同样品液的制备。按样品测定项下方法测定含量,结果见表3。

表3 提取时间的选择

提取时间(min)	20	30	40	50	60
贝母甲素(%)	0.080	0.139	0.152	0.138	0.143
贝母乙素(%)	0.044	0.054	0.068	0.052	0.056

1.2.8 重现性试验 对同一批号样品,按含量测定项下方法重复测定5次,结果贝母甲素平均含量0.129%, $RSD 1.93\%$;贝母乙素平均含量0.050%, $RSD 3.83\%$ 。

1.2.9 样品测定 精密吸取样品溶液6 μ l,贝母甲素对照品溶液2 μ l、6 μ l和贝母乙素对照品溶液1 μ l、4 μ l点于同一块薄层板上,展开,显色,扫描测定,用外标两点法计算含量,结果见表5。

表5 样品含量测定结果(%, n=4)

批号	贝母甲素平均含量	RSD	贝母乙素平均含量	RSD
1	0.129	1.61	0.052	1.92
2	0.126	1.65	0.048	3.18
3	0.124	1.23	0.052	2.94

1.2.10 回收率试验 精密称取贝母甲素对照品3.85mg和贝母乙素对照品1.62mg,置25ml容量瓶中,加CHCl₃溶解并定容至刻度。精密吸取4ml标准品溶液于锥形瓶中蒸干,再加贝乐欣胶囊内容物0.5g,按样品测定项下方法测定含量,平行操作5份。结果见表6。

表6 回收率测定结果

	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测定总量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
贝母乙素	0.2598	0.2592	0.5199	100.3	98.5	1.65
	0.2610	0.2592	0.5126	97.0		
	0.2569	0.2591	0.5168	100.2		
	0.2617	0.2592	0.5140	97.3		
	0.2569	0.2592	0.5101	97.6		
贝母甲素	0.6439	0.6160	1.2652	100.8	101.5	2.03
	0.6461	0.6160	1.2641	100.3		
	0.6366	0.6160	1.2635	101.7		
	0.6485	0.6160	1.2627	99.7		
	0.6368	0.6160	1.2833	104.9		

2 讨论

在进行含量测定时,因所用展开剂为碱性的环己烷-醋酸乙酯-二乙胺(6:4:1)系统,经改良碘化铋钾试液浸板显色后,斑点颜色的稳定性较差,给定量带来一定困难。若在展开后,将薄层板在100~150℃下烘烤1~1.5h,然后再显色,可有效解决这个问题。

参考文献:

[1] 李松林,李萍. 贝母及其制剂内在质量评价研究进

展[J]. 中草药, 1999, 30(10): 791-794.

[2] 刘志辉,许毅,陈晓斌,等. 润喉开音片有效成分的定性定量研究[J]. 中成药, 1999, 21(8): 396-398.

[3] 徐雅鹃,刘诗月,丁桂兰,等. 浙贝母及其制剂的质量评价[J]. 中成药, 1995, 17(5): 11-12.

[4] 张兰珍,樊晓霞,郭亚健. 薄层扫描法测定蛇胆川贝液中贝母甲素、贝母乙素含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 1996, 2(6): 2-5.