

梔子金花胶囊中梔子甙的含量测定

河北省药品检验所(石家庄050011)

凌俊英 马锦秀 刘丽苹*

梔子金花胶囊是由梔子金花丸(药典1990年版)改制成的新制剂,梔子为处方中君药。对梔子甙的定量方法诸多报道为双波长薄层扫描法。本文采用硅藻土吸附,氧化铝柱层析净化,较好的克服了其它成分的干扰。通过单波长薄层扫描即可获得较好的测定结果。对中药复方制剂中梔子甙的定量分析具有一定的参考意义。

1 仪器与试剂

CS-930型薄层扫描仪,紫外分析仪,定量毛细管。柱层析用中性氧化铝,硅藻土,硅胶GF₂₅₄(青岛海洋化工厂)。梔子甙对照品(中国药品生物制品检定所提供)。所用试剂均为分析纯。供试样品及原药材均由承德地区中药厂提供。

2 试验条件的选择

2.1 层析条件及测定波长:将供试品溶液、梔子甙对照品溶液及梔子阴性对照溶液,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板,以氯仿-甲醇-氨水(40:10:1)为展开剂上行展开,于紫外灯254nm下观察定位,结果供试品溶液色谱与梔子甙对照品色谱有一相应的灰紫色斑点,而梔子阴性液则无此斑点。经对供试品及对照品斑点分别于200~370nm波长范围内扫描,结果均于238nm波长处有一共性特征吸收峰,而阴性对照则无此吸收。故将测定波长定为238nm。

2.2 扫描参数:λs=238nm,狭缝1.2×1.2mm,反射法锯齿形扫描。

2.3 线性关系考察:精密称取梔子甙对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。用定量毛细管吸取1.0、2.0、3.0、4.0、5.0μl,分别点于同一薄层板上,依上述方法展开,定位,于238nm波长处扫描测定积分值,以浓度、积分值作图,经回归计算 $Y = 22825.5X - 1105.3$, $r = 0.9998$,直线通过原点 $Y = 22983.3X - 526.3$, $r = 0.9998$,可见线性关系良好。

2.4 稳定性试验:对梔子甙对照品斑点于4h内进行积分值考察,结果表明,梔子甙稳定性良好,变异系数为1.04%。

3 样品测定

精密称取梔子金花胶囊0.5g,加醋酸乙酯索氏

提取6h,挥干溶液,残渣加甲醇适量溶解,用硅藻土1g拌匀,挥干甲醇,装入一预制中性氧化铝小柱(100~200目,3g,柱内径1.0cm)。用150ml甲醇洗脱,收集洗脱液,挥干,残渣加甲醇2ml定容,作为供试品溶液。

用定量毛细管吸取供试品溶液6μl,对照品溶液2、3μl,分别交叉点于同一薄层板上,依上述方法展开,取出、晾干、定位,于238nm波长处测定积分值,用外标两点法计算含量。3批样品测定结果($n=3$) 930101批为0.041%, $CV\% = 3.9$, 930102批为0.052%, $CV\% = 2.01$;930103批为0.07%, $CV\% = 4.10$ 。

4 加样回收率试验

精密称取一定量梔子甙对照品,分别加入到已知含量的供试样品中,依上述样品测定方法测定回收率,其结果如表。

表 加样回收率测定

编号	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$	CV%
1	3.8920	3.8319	98.46		
2	3.2475	3.2676	100.62		
3	3.6870	3.7864	97.16	98.2%	1.67
4	2.5980	2.5175	96.90		
5	2.5980	2.5970	99.96		

5 小结与讨论

5.1 梔子金花胶囊由梔子、大黄、黄连、黄柏、黄芩等药味组成,醇溶性成分较多,给梔子甙的分离提取带来了困难。我们曾对提取、洗脱条件进行了甲醇、醋酸乙酯比较,薄层条件进行了硅胶GF₂₅₄板与硅胶G板展开,10%硫酸乙醇液显色法比较,仍以醋酸乙酯提取,甲醇洗脱,GF₂₅₄板分离效果较好,结果准确。

5.2 曾试用中性氧化铝拌样,中性氧化铝柱层析净化,其结果因所拌样品干湿度不同给洗脱带来差异(较干时不易洗脱)。而用硅藻土拌样上柱则克服了上述问题,提高了洗脱效果。

(1993-10-04收稿)

*河北医学院93届毕业生