

双波长薄层扫描法测定广朴止泻液中 广藿香醇的含量

湖北省药品检验所(武汉 430064) 宋小京 施蕴华 李安娟

广藿香及制剂中广藿香醇的含量测定方法尚未见报道,《中国药典》1990年版对广藿香醇仅制定了鉴别反应。广朴止泻液由多味药材组成,成分复杂。本文对广藿香醇的提取方法和色谱条件进行了探索,制订出含量测定的方法。本方法可排除处方中其它成分的干扰,快速简便,准确性好。

1 仪器与药品

日本岛津CS-910双波长薄层扫描仪,0.5% CMC制备的硅胶G板(厚0.3mm),展开剂:石油醚(30~60℃)-醋酸乙酯-冰醋酸(90:10:0.2)CAMAG自动点样仪,扫描条件 $\lambda_s = 590\text{nm}$, $\lambda_R = 650\text{nm}$,狭缝 $1.0 \times 1.0\text{mm}$,反射法锯齿扫描。

广藿香醇(百秋里醇,patchouli alcohol)对照品(中国药品生物制品检定所),广朴止泻液样品(五三药厂生产)。各种试剂均为分析纯。

2 测定方法与结果

2.1 干扰试验:取未加广藿香的广朴止泻液阴性对照液5ml,精密加入苯2.0ml,振摇10min,取上层苯液点样15 μl 按照含量测定方法薄层分离,结果阴性液色谱与百秋里醇对照品相应位置未见斑点,说明其它成分对本试验无干扰。

2.2 稳定性试验:样品层析显色后,斑点颜色受环境温度影响较大。如不加盖玻璃板,环境温度较高时测试误差大。加盖玻璃板后可排除此误差。试验表明加盖玻璃后斑点在2h内积分值基本不变。

2.3 线性范围测定:取广藿香醇对照品25mg,精密称定,用苯配制成0.25mg/ml对照品溶液。用点样仪分别点10、15、20、25、30 μl 对照品溶液于同一薄层板上,上行展开10cm,取出晾干,均匀喷5%三氯化铁乙醇溶液,置110℃烘箱烘10min,以洁净玻璃板覆盖,四周用胶布密封,上机扫描。以扫描积分值 ΔA 为纵坐标,浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)为横坐标经回归分析,得回归方程为 $\Delta A = 19.38C -$

1.02, $r = 0.9973$ 。

2.4 回收率试验:按同样的处方和工艺,除不加广藿香外制成样品。精密量取该样品5ml,置一具塞的试管中,精密加入已知广藿香醇量的苯溶液2ml,振摇10min,置热水浴中使其分层,取上层苯液作供试液,按线性范围测定项下操作,结果见表1。

表1 回收率试验结果

No	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	平均值(%)
1	2.43	2.34	96.3	98.0
2	3.09	3.13	101.3	
3	3.54	3.42	96.6	
4	3.76	3.68	97.9	

2.5 样品测定,精密量取本品5ml,置一具塞的试管中,精密加入苯2ml、振摇10min,置热水浴中使其分层,分取上层苯液为供试品溶液,吸取对照品溶液10 μl 与20 μl 、供品溶液15 μl 分别点于用0.5%CMC-Na制成的同一硅胶G薄层板上,按回收率试验项下操作,计算结果见表2。

表2 样品含量测定结果

样品编号	样品含量mg/10ml	平均含量
715	0.83 0.84	0.69mg/10ml
1207	0.60 0.70	
1208	0.95 0.93	

3 讨论

3.1 在溶剂选择上,对苯、醋酸乙酯、正丁醇进行了比较,用苯提取虽然样品也产生乳化现象,但置热水浴中样品分层良好。

3.2 与《中国药典》一部(90版)广藿香的鉴别相比较,本方法展开剂的极性降低并且控制了显色的温度和时间,在此条件下能得到满意的斑点以利测试。

(1993-03-13收稿)

本刊编辑部现有《中草药》1986~1993年合订本,单价40元/本;1994年《中草药》因漏订,可办理补订,全年33.30元。以上单价均含邮费。欲订购者汇款至《中草药》杂志编辑部。