

## 薄层扫描法测定牛黄解毒片中猪去氧胆酸的含量

开封医学高等专科学校(475001) 万绍晖\* 李照涛\*\*

**摘 要** 用双波长薄层扫描法测定牛黄解毒片中猪去氧胆酸的含量。薄层色谱条件:硅胶 G 板,氯仿-乙醚-冰醋酸(2:2:1)展开,10%磷钼酸乙醇液显色, $\lambda_S=700\text{nm}$ , $\lambda_R=450\text{nm}$ 。

**关键词** 牛黄解毒片 猪去氧胆酸 薄层扫描法 含量测定

牛黄解毒片用于火热内盛,咽喉及牙龈肿痛,口舌生疮等,为常用药物,市场需要量很大。至今没有可靠的含量测定方法。本文以主要有效成分之一的猪去氧胆酸为指标进行双波长薄层扫描测定,获得满意结果。

### 1 仪器与试药

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),CQF-I-6 超声波清洗器(上海船舶电子设备研究所);硅胶 G(薄层色谱用,青岛海洋化工厂); $5\mu\text{l}$  与  $10\mu\text{l}$  微量进样器(上海医用激光仪器厂)。

猪去氧胆酸对照品(中国药品生物制品检定所)。牛黄解毒片(市售品),批号:940608、950203、950406。

所用试剂均为分析纯。

### 2 实验条件与结果

2.1 层析条件<sup>[1]</sup>:吸附剂:硅胶 G-水(1:3)薄层板(15cm×20cm,厚约 0.4mm),110℃活化 0.5h。展开剂:氯仿-乙醚-冰醋酸(2:2:1);展距:17cm。显色剂:10%磷钼酸无水乙醇液;显色条件:105℃烘 7min。

2.2 扫描条件<sup>[2]</sup>:扫描方式:双波长反射法锯齿扫描;检测波长: $\lambda_S=700\text{nm}$ , $\lambda_R=450\text{nm}$ ;狭缝:1.25mm×1.25mm;线性参数: $S_x=3$ 。

2.3 对照品溶液、供试品溶液与回收率试验溶液的制备:对照品溶液:精密称取猪去氧胆

酸对照品 0.0172g,用无水乙醇定容至 10ml,即得。供试品溶液:取 20 片牛黄解毒片(批号:950203),精密称定。研细,精密称取片粉 3.1383g,加氯仿 80ml,超声处理 30min,滤过,滤渣用氯仿洗 3 次(15ml×3),合并滤液及洗液,蒸尽氯仿,残渣以无水乙醇定量转移并定容至 2ml 容量瓶内,即得。回收率试验溶液:精密称取上述供试品溶液所用片粉 3.1383g,精密加入猪去氧胆酸对照品氯仿液(1.70mg/ml)0.50ml,照供试品溶液制备自“加氯仿 80ml”起,即得。

2.4 薄层层析:吸取对照品溶液  $5\mu\text{l}$  及供试品溶液  $10\mu\text{l}$ ,分别点于同一薄层板上,依上述层析条件展开、显色,层析图谱见图。

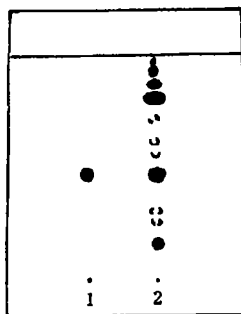


图 牛黄解毒片 TLC 图

1-猪去氧胆酸 2-牛黄解毒片

2.5 标准曲线:分别吸取对照品溶液 2、3、4、5、6、7 $\mu\text{l}$ ,点于同一薄层板上,以上述层析

\* Address: Wan Shaohui, Kaifeng Medical College, Kaifeng

\*\* 河南浙川制药集团有限公司

条件展开,扫描测定,得各斑点峰面积积分值,结果见表1。求得回归方程  $Y=54953.86$

$+47067.01X, r=0.9989, n=6$ 。因为直线不过原点,所以采用外标二点法定量。

表1 标准曲线积分值

| 对照品溶液( $\mu\text{l}$ ) | 2        | 3        | 4        | 5        | 6        | 7        |
|------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 积分值                    | 157626.6 | 188863.4 | 244272.2 | 288737.6 | 338002.2 | 385400.8 |

2.6 稳定性试验:对上述薄层板的同一斑点依法每隔 0.5h 扫描一次,共测定 0~2h,测得峰面积积分值,计算其相对标准偏差,  $RSD=0.9\%(n=5)$ 。故猪去氧胆酸在本实验条件下 2h 内稳定。

2.7 精密度试验:对同一猪去氧胆酸斑点重复扫描 5 次,  $RSD=0.6\%$ 。在同一块薄层板上点 2 个对照品溶液(分别为 3、5 $\mu\text{l}$ )及 4 个供试品溶液(均为 10 $\mu\text{l}$ ),采用外标二点法依法定量,计算相对标准偏差  $RSD=3.2\%(n=4)$ 。

2.8 回收率试验:在同一块薄层板上点 2 个对照品溶液(分别为 3、5 $\mu\text{l}$ )、2 个供试品溶液(均为 10 $\mu\text{l}$ )及 2 个回收率试验溶液(均为 10 $\mu\text{l}$ ),采用外标二点法依法定量,结果平均回收率为 103.4%,  $RSD=3.2\%(n=5)$ 。

2.9 样品含量测定:在同一块薄层板上点 2 个对照品溶液(分别为 3、5 $\mu\text{l}$ )与 3 个供试品溶液(均为 10 $\mu\text{l}$ ),采用外标二点法依法定量。分别测定 3 个批号的牛黄解毒片。结果见表 2。

3 小结与讨论

Quantitative Determination of Hyodeoxycholic Acid in Calculus Bovis

Antidote Tablet by TLC Scanning

Wan Shaohuei and Li Zhaotao

Hyodeoxycholic acid in Calculus Bovis Antidote tablet was determined quantitatively by dual wavelength TLC scanning. The experiment was carried out on silica gel-G plates with chloroform-ether-glacial acetic acid (2 : 2 : 1) as the mobile phase, and ethanol solution of phosphomolybdic acid (10%) as developer, at  $\lambda_a=700\text{nm}$ ,  $\lambda_R=450\text{nm}$ . Recovery was 103.4% and  $RSD=3.2\%(n=5)$ . This method is accurate and convenient. It can also be used for quantitative analysis of other preparations containing hyodeoxycholic acid.

欢迎订阅 1997 年《江苏中医》

《江苏中医》(月刊)创刊于 1956 年,是国内最早问世的综合性中医药学术期刊之一,现为中国中文核心期刊、全国优秀科技期刊和江苏省双十佳期刊。发行范围覆盖全国 30 个省、市、自治区和世界 30 多个国家(地区),在国内外医药界具有广泛的影响。本刊采用进口铜版纸彩印封页,内文电脑排版激光胶印,每月 5 日在南京出版,每册定价 3.00 元,请读者速到当地邮局办理订阅手续,亦可随时与本刊发行科联系。邮发代号:国内 28-8;国外 M1011。本刊地址:南京市汉中路 282 号。电话:(025)6617285。邮政编码:210029。

表2 样品含量测定(n=3)

| 批号     | 每片含猪去氧胆酸(mg) | RSD(%) |
|--------|--------------|--------|
| 940608 | 0.13         | 2.8    |
| 950203 | 0.12         | 3.1    |
| 950406 | 0.20         | 3.7    |

3.1 本法较简便、快速,所用色谱条件经反复实验证明重视性好,检出斑点清晰圆整,相互干扰少,专属性强。为控制本品质量提供了可靠方法。

3.2 层析图谱中显示的胆酸斑点也很清晰,且分离效果好,也可尝试对胆酸进行定量。

3.3 显色时烘烤温度及时间对结果有影响。许多药物中含有猪去氧胆酸,本法可推广应用。

同一厂家生产的不同批号产品(批号:940608、950203、950406)中猪去氧胆酸含量不同,建议制订一最低含量指标以控制产品质量。

参考文献

1 中华人民共和国药典.一部.北京:人民卫生出版社,化学工业出版社,1990.435  
2 孟宪舒.中成药分析.北京:人民卫生出版社,1919.247  
(1996-01-02 收稿)