

薄层扫描法测定乙转灵片中熊果酸的含量

陕西省药品检验所(西安 710061) 郝武常* 朱志峰
西安医科大学第二临床医学院药剂科 朱宇红

摘要 应用薄层扫描法测定了乙转灵片中熊果酸的含量,方法简便、准确、重现性好,可作为该制剂质量控制指标之一。

关键词 乙转灵片 熊果酸 TLCs

乙转灵片是陕西省中医药研究院研制的专用于治疗乙型肝炎的纯中药制剂(已通过卫生部鉴定),由山茱萸、酸枣仁、刺蒺藜等 8 味药材经加工而成。为控制其质量,我们用薄层扫描法测定了其中熊果酸含量。方法简便、准确、重现性好,可作为该制剂质量控制指标之一。

1 仪器与试药

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪,定量毛细管(美国 Drummond),硅胶 G(青岛海洋化工厂)用 0.3% 羧甲基纤维素钠调制成 0.5 mm 厚的薄层板,110℃ 活化 1 h,备用。乙转灵片(陕西省中医药研究院实验药厂);熊果酸对照品(中国药品生物制品检定所)。

2 薄层层析

展开剂:环己烷-氯仿-醋酸乙酯(20:5:8),展距 8 cm。显色剂:2% 硫酸乙醇溶液,浸渍 30 min,105℃ 加热至斑点清晰,上覆盖一块同样大小的玻璃板,四周用胶布封好。

薄层扫描条件:采用反射锯齿扫描法, $\lambda_s = 520 \text{ nm}$, $\lambda_R = 700 \text{ nm}$,狭缝 $1.2 \text{ mm} \times 1.2 \text{ mm}$ 。

3 标准曲线的绘制

取熊果酸对照品,用无水乙醇制成每毫升含 0.457 mg 的对照品溶液。分别吸取熊

果酸对照品溶液 1、2、4、6、8、12 μL ,点于同一硅胶 G 薄层板上,按实验条件展开,显色,扫描测定。以面积积分值对熊果酸量进行回归分析: $Y = 10799X + 401$, $r = 0.9998$ 。在 0.457~5.484 μg 范围内呈良好线性关系。

4 稳定性试验

熊果酸斑点显色后,在空气中易退色,故需覆盖玻璃板,经测定在 2 h 内颜色基本无变化。

5 精密度试验

同一板上点同一样品,相同点样量,结果 $RSD = 1.23\%$ ($n = 10$)。同一展开后的样品,连续 10 次扫描测定,结果 $RSD = 1.01\%$ 。

6 样品测定

取本品 40 片,除去糖衣,精密称定,研细,称取约 4 g,加水 30 mL,用滤纸滤过;药渣再用 30 mL 水洗涤,在室温干燥至呈松软的粉末状,于 100℃ 烘干,研细,连同滤纸一并置索氏提取器内,用乙醚适量加热回流 4 h,提取液回收乙醚至干,加无水乙醇-氯仿(3:2)混合液微热使溶解,定量转移至 5 mL 量瓶内,并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。吸取供试品溶液 5、10 μL ,对照品溶液 4、8 μL ,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,显色,扫描测定,结果见表 1。

* Address: Hao Wuchang, Shanxi Provincial Institute for Drug Control, Xi-an

表 1 样品中熊果酸含量测定结果

批号	含量(mg/片)	RSD%(n=3)
930615	0.17	0.9
930618	0.15	1.0
930625	0.18	1.2

7 加样回收试验

精密称取已知含量的样品 4 g,准确加入一定量的乌头碱对照品,按样品测定法提取、

分离、测定、计算,结果平均回收率为 97.95%。RSD=1.71%(n=6)。

8 小结

显色时采用浸渍法,可使显色均匀,减小误差。但应注意硫酸浓度不宜过高,以 2%为宜。

(1996-03-26 收稿)

Determination of Ursolic Acid in Yizhuanling Tablet

Hao Wuchang

TLCS has been used to determine ursolic acid in Yizhuanling tablet. The method is simple,accurate and has good repeatability. It can be used to control the quality of Yizhuanling tablet.

薄层扫描法测定酸枣仁颗粒中菝葜皂甙元的含量

山东省中医药研究所(济南 250014) 闫雪生* 于宗渊 周向华**

摘要 用薄层扫描法对酸枣仁颗粒中菝葜皂甙元进行了含量测定。加样回收率为 97.89%,RSD 为 1.86%,相关系数 0.9995。本法可控制酸枣仁颗粒的质量。

关键词 酸枣仁颗粒 菝葜皂甙元 薄层扫描法

酸枣仁颗粒是由酸枣仁、知母等 5 味中药组成,具有镇静催眠之功效。知母是处方中主要药物之一,其有效成分为知母皂甙,水解后可产生菝葜皂甙元。为控制本品质量,除了测定制剂中酸枣仁皂甙的含量外,又采用薄层扫描法对酸枣仁颗粒中菝葜皂甙元的含量进行测定。

1 仪器与试药

岛津 CS-920 型薄层扫描仪,菝葜皂甙元对照品(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 薄层层析及扫描条件

薄层板:硅胶 G 加 0.5%羧甲基纤维素

钠液(1:3),105℃活化 30 min,板厚 0.3 mm。展开剂为甲苯-丙酮-乙酸乙酯(9:1:1),展距 15 cm;显色剂为 8%香草醛-3%高氯酸乙醇液(1:1)。单波长反射式锯齿形扫描,测定波长 λ 为 462 nm,Sx=3。

3 含量测定

3.1 标准曲线的绘制:精密称取 5.74 mg 菝葜皂甙元对照品,用氯仿定容至 5 mL,制成浓度为 1.14 mg/mL 的对照品溶液。精密吸取 1、2、4、6、8、10 μL 分别点于同一薄层板上,展开,取出晾干,显色,置 100℃加热 2 min,在薄层板上盖同样大小的玻璃板,固定,立即扫描测定,测得面积积分值。求出菝

* Address: Yan Xuesheng, Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

** 山东医科大学药理学系 91 级实习生