

薄层扫描法测定栓复康胶囊中黄芪甲苷的含量

宋英姬*

(吉林省建筑工程学院, 吉林 长春 130021)

栓复康胶囊由黄芪、熟地、巴戟天等中药经提取加工制成, 主要用于中风后所致的半身不遂、言语不清等症的治疗。本实验采用薄层扫描法对制剂中黄芪甲苷进行了含量测定, 获得了满意的结果。

1 仪器与试药

CS-930 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(日本岛津); 硅胶 G(青岛海洋化工厂生产, 自行车机械涂板, 105℃活化 1 h); 黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0781-9908); 栓复康胶囊(吉林省参业集团国利药业公司); 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的配制: 精密称取黄芪甲苷对照品适量, 加甲醇制成 1 mg/mL 黄芪甲苷的溶液, 即得。

2.2 供试品溶液的配制: 取本品内容物, 研匀, 精密称取适量(约 7 粒质量), 置索氏提取器中, 加甲醇适量, 加热回流提取至无色, 提取液挥干甲醇, 残渣加水 25 mL 使溶解并移入分液漏斗中, 用水饱和的正丁醇提取 5 次(30, 20, 20, 20, 15 mL), 合并正丁醇提取液, 用 1% 氢氧化钠溶液洗涤 2 次(20, 10 mL), 弃去碱液, 再用正丁醇饱和水洗至中性, 减压蒸干正丁醇, 残渣加甲醇定量移入 2 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 即得。

2.3 薄层色谱条件: 薄层板: 0.1%CMC-Na 硅胶 G 板(10 cm×10 cm); 展开剂: 氯仿-甲醇-水(13: 7: 2) 10℃以下放置 12 h 以上的下层溶液; 显色剂: 5% 硫酸乙醇溶液, 105℃加热至斑点显色清晰。

2.4 薄层扫描条件: 采用双波长反射式线性扫描, 测定波长 λs= 513 nm, 参比波长 λR= 700 nm。

2.5 标准曲线的制备: 精密吸取黄芪甲苷对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μL, 分别点于同一硅胶 G CMC-Na 薄层板上, 依法展开, 显色后, 用同样大小的玻璃板覆盖, 周围用胶布固定, 扫描测定, 以峰面积积分值(Y) 对点样量(X) 进行线性回归, 得回归方程为 Y= 3 488X+ 1 897, r= 0.999 1。结果表明点样量在 1.0~5.2 μg 与峰面积呈良好的线性关系。因标准曲

线不通过原点, 所以用外标两点法计算所测样品含量。

2.6 精密度试验: 同板精密度试验: 精密吸取对照品溶液 2 μL 点于硅胶 G 薄层板上, 共 5 个点, 展开, 显色, 扫描测定, RSD= 0.9%(n= 5)。异板精密度试验: 精密吸取同一对照品溶液 2 μL, 点于 5 块不同的硅胶 G 薄层板上, 依法扫描测定, 结果 RSD= 1.3%(n= 5)。

2.7 稳定性试验: 对同一显色后的对照品斑点, 每隔 30 min 扫描 1 次, 结果 RSD= 1.2%(n= 6), 结果表明对照品斑点在 2.5 h 内稳定。

2.8 重复性试验: 取同一批号供试品溶液共 5 份, 吸取 4 μL 及对照品溶液 2, 4 μL, 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法测定, 结果黄芪甲苷含量的 RSD= 1.6%(n= 5)。

2.9 空白试验: 按处方比例取黄芪以外的其他药材适量(约 10 粒质量) 按工艺及 2.2 项下方法制备阴性对照溶液。吸取阴性对照溶液、供试品溶液、对照品溶液各 4 μL, 分别点于硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 扫描, 结果阴性对照无干扰。

2.10 加样回收试验: 取已知含量的样品(每粒含黄芪甲苷 0.215 mg) 做基底, 精密加入黄芪甲苷对照品溶液适量, 依法测定回收率, 其平均加样回收率为 99.4%, RSD= 1.1%(n= 5)。

2.11 样品含量测定: 精密吸取供试品溶液 4 μL, 对照品溶液 2, 4 μL, 分别交叉于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开、测定, 结果见表 1。

表 1 栓复康胶囊中黄芪甲苷的测定结果(n= 2)

批号	黄芪甲苷(mg/粒)
20010328	0.213
20010321	0.215
20000504	0.200
20010320	0.208
20000502	0.240

3 讨论

曾试用 HPLC 法对样品中黄芪甲苷进行定量, 流动相为乙腈-水(30: 70) 及不同比例, 检测波长

* 收稿日期: 2002-02-10
作者简介: 宋英姬, 女, 吉林人, 1987 年毕业于延边医学院药学系药学专业, 主要从事中西药制剂、西药的质量标准研究和新药开发。

205 nm, 供试品溶液经 D₁₀₁ 大孔吸附树脂进一步纯化后注入液相色谱仪 20 μ L, 但样品中黄芪甲苷与其他杂质无法分离, 亦未找到其他合适的 HPLC 条

件, 故采用薄层扫描法对黄芪甲苷进行定量测定, 从结果看来, 方法可行, 结果准确, 可作为该制剂的质控方法。

旋光法测定复方甲壳胶囊中甲壳素的含量

李振强, 吴 锋*

(启东盖天力药业有限公司, 江苏 启东 226200)

复方甲壳胶囊是由甲壳、何首乌等 3 味中药制成的中药复方制剂, 具有养阴潜阳, 补益肝肾的功能。方中甲壳为君药, 其主要成分为氨基葡萄糖及乙酰氨基葡萄糖的聚合物即甲壳素^[1,2]。甲壳素经盐酸加热回流水解产生氨基葡萄糖盐酸盐, 具有旋光性, 利用旋光法可测定甲壳素的含量。该方法简便易行, 专属性强, 准确可靠。

1 仪器及试剂

WZZ-1 型自动指示旋光仪(上海物理光学仪器厂); 氨基葡萄糖盐酸盐对照品(上海丽珠东风生物技术有限公司, $[\alpha] = 72.75 \pm 0.462$); 试剂均为分析纯; 复方甲壳胶囊(自制)。

2 实验方法

2.1 供试品溶液制备: 取本品内容物 3 g, 精密称定, 置小烧杯中, 用乙醚洗涤 3 次, 每次 10 mL, 离心, 弃去乙醚层, 残渣挥干乙醚至无醚味, 加 60% 盐酸 40 mL, 加热回流 4 h, 趁热滤过, 用少许水洗涤容器及滤器 3 次, 合并入滤液, 加热浓缩滤液至约 20 mL, 滴加 10% 氢氧化钠溶液至 pH= 6, 滤过入 100 mL 量瓶, 用少许水洗涤烧杯及滤器 3 次并入量瓶, 加水至刻度, 摇匀, 于旋光仪测定, 以 $[\alpha] = 72.75$ 计算, 即得。

2.2 线性关系: 精密称定氨基葡萄糖盐酸盐对照品(80 $^{\circ}$ C 干燥 4 h) 5.0 g, 加水溶解并定容至 100 mL, 摇匀, 精密吸取该液 30, 20, 15, 10, 5, 2 mL, 分别置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 20 $^{\circ}$ C 保温 30 min。以蒸馏水调零, 分别测定旋光度。以氨基葡萄糖盐酸盐浓度 C 为横坐标和旋光度 α 为纵坐标绘制

标准曲线, 二者具有良好的线性关系, 计算得回归方程: $\alpha = 1.4552C + 0.0303$, $r = 0.9998$ 。线性范围为 1.0~15 mg/mL。

2.3 精密度试验: 精密称取样品, 按样品制备方法制得供试液, 连续测定 6 次, 结果 $RSD = 0.54\%$ 。

2.4 重现性试验: 精密称取同一批样品, 按样品制备方法制备 6 份供试液, 测定旋光度, 其 RSD 为 0.69%。

2.5 稳定性试验: 将一供试液放置不同的时间分别测定其旋光度, 每次测定 3 个值取平均值, 结果在 12 h 内测定值稳定, $RSD = 0.42\%$ ($n = 6$)。

2.6 回收率试验: 采用加样回收率试验的方法, 精密称取已知含量的本品内容物适量, 加入不同浓度的对照品溶液, 计算回收率, 平均回收率为 100.2%, $RSD = 1.52\%$ ($n = 6$)。

2.7 样品测定: 按含量测定方法对 3 个批号的复方甲壳胶囊进行测定, 结果见表 1。

表 1 甲壳胶囊中甲壳素含量测定结果

批 号	甲壳素(mg/g)
990308	214.62
990316	221.17
990322	216.59

2.8 空白样品试验: 取空白样品 3 g(按处方制备, 不加甲壳粉), 按样品测定法处理, 制成空白供试液, 测定旋光度, 结果未测出旋光度。

参考文献:

[1] 中国药典. 2000 年版. 一部.
[2] 李兆龙. 甲壳及贝壳的综合利用[M]. 北京: 海洋出版社, 1991.

* 收稿日期: 2002-03-04