

高效薄层扫描法测定小柴胡冲剂中黄芩苷的含量

程斌(兰州军区乌鲁木齐药品检验所, 乌鲁木齐 830002)

摘要:目的:测定小柴胡冲剂中黄芩苷的含量,为保证药品质量提供依据。方法:采用高效薄层扫描法进行含量测定,展开剂为乙酸乙酯-丙酮-醋酸-水(10:8:5:5),检测波长为279nm。结果:该冲剂中黄芩苷平均含量为0.48%, $RSD=0.44\%$,加样回收率为103.7%。结论:该法简便、快速、重现性好。

关键词:小柴胡冲剂;黄芩苷;高效薄层扫描法

中图分类号:R927.2 文献标识码:A 文章编号:1006-0111(2001)04-0224-02

Determination of baicalin in Xiao-chai-hu granules by HPTLCS

CHENG Bin(Institute for Drug Control of Lanzhou Military Region, Wulumuqi 830002, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE: To determine the content of baicalin in Xiaochaihu granules to provide evidence for medicine quality control. **METHODS:** The content of baicalin was determined by HPTLCS with 279nm, as detection wavelength and with acetic ether-acetone-acetic acid-water (10:8:5:5) as developer. **RESULTS:** The average content of baicalin was 0.48%, $RSD=0.44\%$, the average recovery was 103.7%. **CONCLUSION:** This method is simple, rapid and accurate with good reproducibility.

KEY WORDS: Xiao-chai-hu granules; Baicalin; HPTLCS

小柴胡冲剂是由柴胡、黄芩、姜半夏、党参、甘草等7味中药组成,具有解表散热,疏肝和胃的功效,黄芩是主要成分之一,而黄芩苷是黄芩的主要有效成分,为控制其质量,我们选用硅胶GF254作吸附剂,采用薄层扫描法测定该冲剂中黄芩苷的含量,取得满意效果。

1 仪器和材料

1.1 仪器

日本岛津CS-9000双波长薄层扫描仪;岛津紫外检测器;SB-3200型超声波清洗器(上海必能信超声有限公司);微量点样毛细管(Drummond Scientific Co. U. S. A.);A-120S型万分之一电子天平(西德)。

1.2 材料

3 讨论

施慧达(苯磺酸左旋氨氯地平)片中苯磺酸左旋氨氯地平含量低,活性强,为保证临床用药的安全和有效,必须进行含量测定和含量均匀度检测。左旋氨氯地平紫外吸收在238nm和360nm波长附近有最大吸收,但前者的灵敏度比后者高4倍多,故本文选用238nm为检测波长。

在目前报道的文献中,络活喜片含量均匀度测定的改进方法采用紫外分光光度法,在366nm的波长处测定片剂的含量,但由于辅料的影响实验中并未排除,因此其测定结果可能会偏高。因此,中华人民共和国卫生部标准WS-051-(X-043)-94测定络活喜原料及制剂含量的法定方法选用专属性强的高效液相色谱法,但外标法定量常常因为样品进样误差而影响测定结果。

本文建立了以尼卡地平为定量内标物的苯磺酸左旋氨氯地平分离分析的RP-HPLC新方法,实验结果表明3批样品的含量均匀度变异指标均在中华人民共和国药典2000年版二部附录规定的限度之内,具有简便快速、省时经济、结果准确、重现性好的优点,可作为施慧达片含量测定及均匀度考察的检测方法。

参考文献:

- [1] Luksa J, Josic Dj, Kremser M, et al. Pharmacokinetic behaviour of R-(+)- and S-(-)-amlodipine after single enantiomer administration [J]. J Chromatogr B, 1997, 703: 185.
- [2] 陆佩荣, 毕秀玲, 谢玉芝. 络活喜片含量均匀度测定方法的改进[J]. 药物分析杂志, 1995, 15(4): 42.
- [3] 尚飞, 尚奎洪. 氨氯地平片剂的HPLC测定[J]. 中国医药工业杂志, 1996, 27(9): 411.

小柴胡冲剂(江苏省连云港中药厂,批号 960109);黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶 GF254 薄板(青岛海洋化工厂);其他试剂均为分析纯。

2 实验方法和结果

2.1 对照品溶液的制备

精确称取黄芩苷对照品 6.6mg,以甲醇溶解并定容至 5ml,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备

精确称取样品粉末约 3g,置 100ml 锥形瓶中,加 70% 乙醇 30ml^[1],超声提取后,滤过,再用 70% 乙醇 20ml 分两次洗涤滤渣,合并滤液,水浴上蒸发近干,加适量甲醇溶液,定容至 50ml,即得。

2.3 薄层层析和测试条件

硅胶 GF254 薄板,展开剂乙酸乙酯-丙酮-醋酸-水(10:8:5:5),上行展开,室温挥散溶剂,日光及 254nm 紫外灯下可见黄芩苷斑点。

单波长反射法锯齿扫描;测定波长 279nm;灵敏度×1;线性化系数 SX=7;背景校正:ON。

2.4 稳定性试验

将对照品溶液点在层板上,同上展开,按扫描条件每隔 1h 扫描测定 1 次,计算同一斑点在放置不同时间后扫描峰面积积分值的变异性。结果黄芩苷放置 8h 内稳定,峰面积的积分值的 RSD = 0.81%, n = 8。

2.5 精密度试验

在同一层析板上,以 2μl 对照品平行点 4 次,依上法展开,测定结果,峰面积分别为 116184.6, 112243.6, 120371.3, 117957.3, 平均值为 116689.2, RSD = 2.93%, 说明在同一块板上误差符合规定。

表 1 黄芩苷稳定性试验结果

时间	峰面积	RSD (%)
1	11845.110	
2	11845.120	
3	11845.112	
4	11845.100	
5	11845.100	0.81
6	11845.119	
7	11845.110	
8	11845.100	

2.6 标准曲线绘制

精确称取黄芩苷对照品 6.6mg, 甲醇溶解, 置于

5ml 容量瓶, 甲醇定容, 分别用毛细管 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0μl 于同上薄层板上, 按上述条件展开, 自然挥干, 测定斑点积分值。以峰面积积分值对点样量进行回归计算, 得回归方程: $Y = -754 + 42424X$, $r = 0.9995$ ($n = 5$), 线性关系良好。详见表 2, 图 1。

表 2 标准曲线面积

加入体积(μl)	峰面积
1	42 030
2	83 700
3	127 265
4	167 199
5	212 402

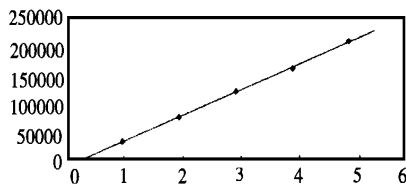


图 1 标准曲线面积图

2.7 回收率试验

精密量取 1ml 对照品溶液与 1ml 供试品溶液, 置 10ml 容量瓶中, 以甲醇定容, 平行点 2μl 3 点, 测峰面积, 求出浓度, 平均回收率为 103.7%, RSD = 1.46% ($n = 3$)。

2.8 样品含量测定

用毛细管吸取 5μl 供试品溶液, 如上法平行点 3 次, 同条件展开, 挥干后, 测其峰面积, 由标准曲线求出样品浓度, 结果小柴胡冲剂中黄芩苷的平均含量为 0.48%, RSD = 0.44%。

3 讨论

根据文献报道^[2~4], 试用正戊醇-甲醇-甲酸-水(7:1:1:1)^[2]、氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(7:3:1:1)^[3]、乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:7:7:1)^[4] R 等展开剂, 结果均不理想, 后经试验, 改用乙酸乙酯-丙酮-醋酸-水(10:8:5:5)进行展开, 在紫外灯下观察, 样品在对照品相同位置处可见黄芩苷猝灭斑点, 分离效果理想。

参考文献:

[1] 李琴韵, 范广平. 中成药冲剂在 HPLC 定量分析中样品前处理方法探讨[J]. 中成药, 1995, 17(9): 46.
 [2] 余世春, 刘信顺, 尹双青, 等. 小柴胡汤口服液黄芩甙含量测定研究[J]. 中草药, 1992, 23(5): 239.
 [3] 李学斌, 秦伟华. 黄芩双黄连注射剂中黄芩甙含量测定[J]. 中成药, 1992, 14(8): 16.
 [4] 孟宪纾. 中成药分析[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1990. 172.