

消糖灵胶囊质量标准的研究

凌俊英* 赵志军 刘海宏**

(河北省药检所, 石家庄050011)

1 仪器与药品

日本岛津 Cs-930 型双波长薄层扫描仪; 紫外检出器; 层析板: 硅胶 G(青岛海洋化工厂)加 0.5% CMC-Na 按 1:3 混合研磨涂布成 0.5 mm 厚的薄层板, 阴干, 110°C 活化 30 min 备用; 定量毛细管; 超声清洗仪(上海超声仪器厂)。

消糖灵胶囊由沧州地区中药厂提供; 对照药材经鉴定均为正品; 盐酸小檗碱、葛根素、人参二醇、优降糖对照品均由中国药品生物制品检定所提供。所用试剂均为分析纯。

2 定性鉴别

2.1 优降糖: 取样品粉末 1 g, 加氯仿 10 ml 超声处理 20 min, 滤过, 挥干溶剂, 残渣加氯仿 1 ml 使其溶解。供检优降糖。另取优降糖对照品加氯仿制成 1 mg/mL 的对照品溶液。取上述两溶液分别点于同一硅胶 GT-254 薄层板上, 以氯仿-无水乙醇(10:0.4)为展开剂上行展开后, 晾干, 置紫外灯(254 nm)下检视。结果如所图。

2.2 阴性对照液的制备: 按消糖灵胶囊处方, 从中除去被检药材, 模拟工艺制成阴性对照品, 分别按

供试品溶液制备项下制成阴性对照液。

3 含量测定

3.1 扫描条件: $\lambda_s = 345 \text{ nm}$, 单波长反射法锯齿扫描; 狭缝 $1.2 \times 1.2 \text{ mm}$, $S_x = 3$ 。

3.2 样品测定: 精取盐酸小檗碱对照品, 用 1% 盐酸甲醇制成 0.2 mg/mL 的溶液, 备用。作为对照品溶液。

供试品溶液的制备: 取样品粉末 10 粒, 研匀, 精称 0.5 g, 以 1% 盐酸甲醇液索氏提取至无色, 定容至 100 mL, 备用。

测定方法: 用定量毛细管分别吸取供试品溶液 2 μL , 对照品液 1、2 μL , 交叉点样于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开后晾干, 置紫外灯(365 nm)下检视定位, 扫描测其积分值, 按外标两点法计算含量。三批样品测定结果分别为: 911122(2.94%, $\text{RSD} = 3.15\%$); 911123(2.66%, $\text{RSD} = 4.5\%$); 91124(2.78%, $\text{RSD} = 2.32\%$)。

3.3 测定条件的考察

层析条件: 以硅胶 G 薄层板(0.5 mm 厚)为载体, 正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2)为展开剂, 于紫外

*凌俊英, 39岁, 1976年毕业于保定地区卫生学校药剂专业, 主管药师。

**邯郸市制药厂

灯(365 nm)下检视定位。

吸收波长的确定: 取供试品和对照品溶液分别点于同一薄层板上, 依法展开, 定位, 于400~200 nm 进行光谱扫描, 结果表明, 盐酸小檗碱 斑点于275、345 nm 波长处有特征吸收, 将吸收值较大的345 nm 定为测定波长。

稳定性试验: 对上述盐酸小檗碱对照品斑点, 按上述条件, 每隔1 h扫描一次, 持续4 h, 斑点积分值稳定, 变异系数为2.07%。

线性关系考察: 精密吸取盐酸小檗碱对照品溶液, 在同一薄层板上分别点样1、2、3、4 μ l, 依法展开, 测定斑点积分值, 结果表明, 点样量在0.2~0.8 μ g 范围内线性良好, 回归方程 $y = 25832.86x - 6101.44$, $r = 0.9998$ 。为一条不通过原点的直线, 故采用外标两点法计算含量。

表1 加样回收率测定结果

编 号	加入量 (mg)	测 得 值 (mg)	回 收 率 (%)	RSD (%)
1	5.03	4.99	99.26	1.58
2	5.11	4.96	97.28	
3	5.04	5.04	100.00	
4	5.41	5.48	101.30	
5	4.93	4.86	98.66	

3.4 加样回收率实验: 精密称取已知含量的样品一定量, 准确加入一定量的盐酸小檗碱对照, 依法测定, 结果见下表1。

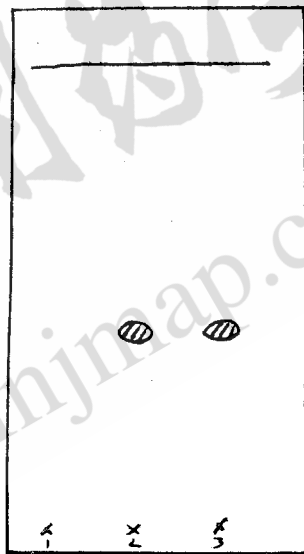


图 优降糖TLC图谱

- 1: 优降糖阴性
2: 供试液(4)
3: 对照液(5)
S—5
D—4