

薄层扫描法测定银黄片中黄芩甙含量

张素梅 王煥伟 李 芳 许 宁 (哈尔滨市药品检验所, 哈尔滨 150010)

摘要 应用薄层扫描法测定银黄片中黄芩甙含量, 方法简便, 重现性好, 结果准确。在 $0 \sim 0.9 \mu\text{g/ml}$ 范围内呈线性, $r = 0.9996$ 。回收率为 100.2% , 变异系数为 0.9% 。

关键词 银黄片; 黄芩甙; 薄层扫描法

银黄片是卫生部药品标准中收载的中药制剂, 主要用于清热解毒、消炎。本标准只进行常规检验, 难以控制内在质量。本文采用聚酰胺薄层板分离, 薄层扫描法测定银黄片中黄芩甙含量。

1 实验部分

1.1 仪器和试药

日本岛津公司 CS-910 双波长薄层扫描仪得 U-235 记录器; 黄芩甙及绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所); 样品为药厂提供; 试药均为分析纯; 聚酰胺薄膜板(浙江黄岩化学试剂厂)。

1.2 薄层扫描条件确定

1.2.1 层析条件确定 在同一聚酰胺薄膜板上定量点对照品液和供试品液, 乙酸展开, 取出, 晾干, 在荧光灯观察, 对照品和供试品在相应位置上, 显示同样紫色斑点。见图 1。

1.2.2 扫描条件确定 按仪器自动扫描方式扫描对照品斑点, 黄芩甙在 275 nm 处有最大吸收, 400 nm 处无吸收, 故选择 $\lambda_s = 275 \text{ nm}$, $\lambda_R = 400 \text{ nm}$, $SX = 3$ 。反射式锯齿扫描; 狭缝为 $1.25 \times 1.25 \text{ nm}$; 扫描速度为 20 mm/min 。

1.3 方法与结果

1.3.1 重现性测定

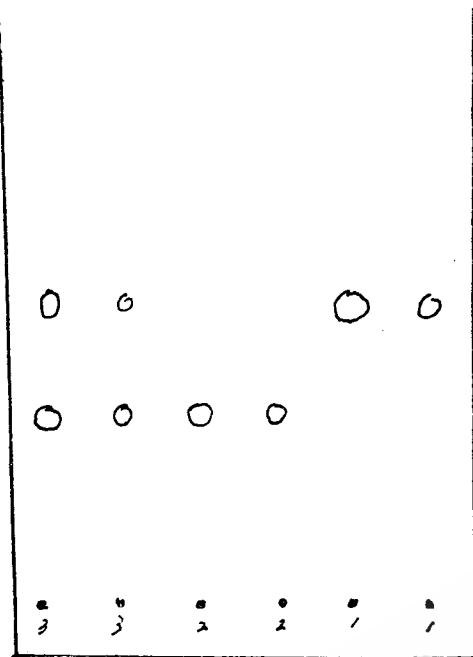


图1 薄层谱

1—绿原酸 2—黄芩甙 3—样品

本实验条件下,重复扫描同一对照品斑点10次,量得每次积分值,计算出变异系数为0.3%。

1.3.2 稳定性实验

本实验条件下,每隔20min扫描同一黄芩甙对照品斑点一次,共测定6次,量得每次积分值,计算出变异系数为0.7%。

1.3.3 线性实验

对照品溶液配制 取黄芩甙对照品适量,精密称定,用甲醇制成每1ml约含0.3mg的溶液。

测定 取上述对照液0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 μ l, 分别点在同一聚酰胺薄膜板上,乙酸展开,取出,晾干,在薄层扫描仪上扫描,量得积分值,以积分值对相应浓度作图,其回归方程为 $y = 0.106X + 0.155$, $r = 0.9996$ 。黄芩甙在0~0.9 μ g范围内呈线性。

1.3.4 回收率试验

供试品溶液配制 取本品20片,精密称定,研细。精密称取0.2g,置25ml量瓶中,加甲醇适量,在水浴中温热振摇数分钟,取出,放冷至室温,加甲醇稀释至刻度,摇匀,静置。

回收试液配制 精密称取上述样品细粉四份,每份0.2g,分别置入25ml量瓶中,再分别加黄芩

甙对照品8.05, 15.34, 21.52, 23.72 mg, 各加甲醇适量,按上述操作,制得回收试液。

测定 精密量取对照溶液(线性实验项下对照液)、供试液及回收试液上清液各1 μ l, 分别点在同一聚酰胺薄膜板上,乙酸展开,取出,晾干。在薄层扫描仪上扫描,量得积分值,计算含量,经换算,可得回收率。结果见表1。

表1 回收率试验结果

样品号	加入量 (mg)	实测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 RSD
1	8.05	8.01	99.5	$\bar{x} = 100.2\%$ RSD = 0.9%
2	15.34	15.28	99.6	
3	21.52	21.82	101.4	
4	23.67	23.72	100.2	

1.3.5 样品测试重现性试验

精密称取同一批样品细粉5份,按含量测定项下方法测定含量,结果见表2。

表2 样品测试重现性试验结果

样品号	测得含量 (mg/片)	平均值 (mg/片)	RSD (%)
1	23.15	23.35	0.8
2	23.45		
3	23.31		
4	23.25		
5	23.61		

1.3.5 样品测定

精密量取黄芩甙对照品溶液(线性实验项下)和供试品溶液(按回收率试验项下配制)各1 μ l, 分别点在同一薄膜板上,按回收率实验项下测定即得。结果见表3。

表3 样品测定结果

样品	测得值(mg/片)	平均值 (mg/片)	RSD (%)
1	23.21 23.45 23.51	23.39	0.8
2	23.56 23.69 23.68	23.64	0.3
3	22.88 23.11 23.05	23.01	0.5

2 讨论

2.1 本品为卫生部药品标准收载的中药复方制剂,没规定含量测定方法。本法参考处方中的中药测定方法拟定,方法简便可行,结果准确。

2.2 实验结果表明,实际测得量较理论量低,说明控制本品黄芩甙含量是必要的。

2.3 本品中含有金银花,其提取液中含绿原酸绿原

酸和黄芩甙均溶于甲醇,在本片层析条件下完全分离,因此绿原酸不影响黄醇甙测定。见图1。

收稿日期, 1995—10—28