

镇咳宁中猪去氧胆酸的含量测定

张文婷 祝 明 (浙江省药品检验所, 杭州 310004)

胡荷斌 郑小礼 (黄岩生化制药厂, 黄岩 317400)

摘要 用薄层扫描法测定镇咳宁中的猪去氧胆酸的含量, 方法稳定, 重现性好, 平均回收率100.68% ($n=9$), $RSD=3.01\%$ 。

关键词 镇咳宁 猪胆汁提取物 猪去氧胆酸 薄层扫描法

镇咳宁是由猪胆汁提取物, 桔梗等数味中药组成的镇咳新药, 镇咳祛痰疗效显著, 猪胆汁提取物为该方的君药, 其主要成分为胆汁酸, 而胆汁酸中以猪去氧胆酸含量较高, 为控制质量, 本文用薄层扫描法测定镇咳宁中猪去氧胆酸的含量, 方法简便, 准确, 重现性好。

实验部分

1 仪器与试剂 岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪, 氯仿等均为分析纯。猪去氧胆酸对照品由中国药品生物制品检定所提供。镇咳宁样品由黄岩生化制药厂提供。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液制备 取镇咳宁样品胶囊内容物 1 g, 精密称定, 加冰醋酸 0.5 ml, 加乙醚适量, 索氏提取 6 h, 提取液回收乙醚, 残留物加无水乙醇溶解, 定量转移至 5 ml 量瓶中, 稀释至刻度, 作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取猪去氧胆酸适量, 加乙醇溶解, 制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 薄层色谱及扫描条件

硅胶 G 薄层板, 110°C 活化 1 h。

展开剂: 氯仿-醋酸乙酯-冰醋酸 (5:5:1)

显色: 硫酸乙醇液 (1→20), 110°C 加热至斑点显色

扫描条件: 双波长 $\lambda S=385\text{ nm}$, $\lambda R=700\text{ nm}$, $SX=3$, 狭缝 $1.2\times 1.2\text{ mm}$ 。

2.4 线性关系考察 用定量毛细点样管精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μl , 分别点于同一薄层板上, 按实验条件展开, 显色, 1 h 后进行扫描测定。以点样量为横坐标, 斑点峰面积为纵坐标, 进行回归处理, 得回归方程:

$$Y=16088X+13974; R=0.999$$

(猪去氧胆酸与上一个斑点间的分离度见图谱)

2.5 精密度考察:

精密度测试 取同一样品溶液点于同一硅胶 G 薄层板上, 同法实验。结果表明 $RSD=2.11\%$ ($n=5$)。

重现性试验 精密称取同一批样品数份, 同法试验, 结果表明 $RSD=3.1\%$ ($n=10$)

2.6 回收率试验 缺猪胆汁提取物样品经同法实验, 在猪去氧胆酸相应位置上无斑点; 且扫描无吸收。

准确称取猪去氧胆酸对照品约 2.5 mg, 加入已知含量的镇咳宁样品约 0.5 g 中, 同法提取和测定猪去氧胆酸的含量, 计算回收率, 结果见表 1。

2.7 稳定性考察 点一定量的猪去氧胆酸对照品及样品溶液于薄层板上, 展开, 显色, 5 min 后开始扫描, 每间隔一定时间扫一次, 持续 4 h。结果在 50 min 至 3.5 h 范围内, 样品的含量基本稳定。 $RSD=2.89\%$ ($n=7$)

2.18 样品含量的测定 吸取供试品溶液 5 μl 及对照品溶液 5 μl 、10 μl 分别点于同一薄层板上, 按上述方法操作, 用外标二点法计算样品中猪去氧胆酸的含量。结果见表 2。

表2 样品测定结果

批 号	测定结果 (%)	批 号	测定结果 (%)
920803	0.46	940527	0.51
920825	0.52	940528	0.53
920828	0.56	940912	0.70
931211	0.48	940913	0.66
940526	0.66	940914	0.64

讨 论

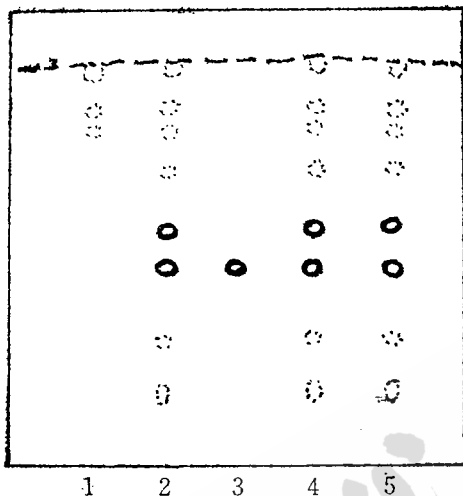
在实验过程中对提取溶剂的选择:以乙醇,氯仿,乙酸乙酯,丙酮,乙醚作溶剂,超声处理3h,所得五种提取液在同一薄层板上点样展开,显色,比较所得图谱,除乙醚提取液外,其他均背景较浓,干扰较大,斑点分离效果也不理想,故采用乙醚作溶剂。由于乙醚中溶解度较小,因此我们选择索氏提取,经预试比较,6h回流能取得满意效果。

平均回收率为100.68%,RSD=3.01%;重现性试验RSD=3.1%(n=10)。本方法能较好地城镇咳宁的质量控制提供依据。

参 考 文 献

- 1 王宝琴主编.中成药质量标准与标准物质研究.北京:中国医药科技出版社,1994,75,101.
- 2 孙毓庆主编.薄层扫描法及其在药物分析中的应用.北京:人民卫生出版社,1990,76~90

收稿日期:1995-06-14



镇咳宁含量测定中的 TLC 图谱

1. 空白 3.4.5 镇咳宁胶囊
3. 猪去氧胆酸对照品

表1 回收率试验结果

编 号	样 品 含 量 (mg)	加 入 猪 去 氧 胆 酸 (mg)	总 量 (mg)	实 测 (mg)	回 收 率 (%)
1	2.94	2.45	5.39	5.15	95.55
2	3.20	2.45	5.65	5.62	99.47
3	3.22	2.45	5.67	5.65	99.65
4	3.15	2.45	5.60	5.46	97.50
5	3.25	2.45	5.70	5.73	100.53
6	3.24	2.56	5.80	6.00	103.45
7	3.26	2.56	5.82	6.06	104.12
8	3.25	2.56	5.81	5.89	101.38
9	3.26	2.56	5.82	6.08	104.47
平均值					100.68
RSD%					3.01