

双波长薄层扫描法测定小儿消食冲剂中橙皮苷含量

程新萍 蓝和楼 张培芳^① (西安医科大学制药厂, 西安 710061)

摘要 本文采用薄层扫描法对小儿消食冲剂中的主要有效成分橙皮苷进行了含量测定, 方法可靠、简便, 适于该制剂的质量控制

关键词 小儿消食冲剂 橙皮苷 薄层扫描

小儿消食冲剂系由陈皮、山药、神曲、砂仁、麦芽、鸡内金、葛花、甘草八味药材经加工提取、精制而成。对小儿具有消食化滞, 健脾开胃, 增进食欲, 增强体质之功效。本文采用双波长薄层扫描法测定了该制剂中主要有效成分橙皮苷含量, 为临床安全用药提供简便可行的质量控制方法。

1 仪器及试剂

岛津 CS-930 型薄层扫描仪, 定量毛细管(进口); 紫外分析仪(上海科艺光学仪器厂); 橙皮甙对照品(中国药品生物制品检定所); 硅胶 G(青岛海洋

化工厂); 小儿消食冲剂(西医大一附院); 其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 供试品溶液, 对照品溶液, 阴性对照液的制备

供试品溶液的制备 取本品颗粒、研细、混匀, 精密称取约 2g, 用滤纸包裹, 置索氏提取器中, 加甲醇 50ml 回流提取至无色后继续回流 1h, 提取液置蒸发皿中, 用甲醇少量洗涤容器, 洗液并入提取液中, 置水浴上蒸干, 用 0.1%NaOH 的 75%乙醇溶液^[1]定容至 25ml。

^① 陕西中医学院中药系

对照品溶液的制备,取减压干燥至恒重的橙皮苷对照品,用0.1%NaOH的75%乙醇溶液配制成55 μ g/ml。

阴性对照液的制备 取除去陈皮的模拟处方,按该工艺制成冲剂,精密称取适量,按供试品溶液的制备方法制得阴性对照液。

2.2 实验条件

色谱条件 吸附剂:硅胶G用含0.5%NaOH的0.2%CMC—Na溶液制板(15 $\times$ 20cm厚0.5mm),110 $^{\circ}$ C活化45min,置于干燥器中备用。展开剂:醋酸乙酯—甲醇—水(100:17:13),展距16cm;显色剂:1%AlCl₃乙醇溶液,定位:紫外光灯254nm。

扫描条件: λ S=300nm, λ R=340nm, $S_x=3$,狭缝1.2 $\times$ 1.2mm,反射锯齿法扫描,灵敏度:中。

2.3 薄层色谱鉴别:在同一块薄层板上,分别点对照品溶液,供试品溶液,阴性对照液各10 μ l在上述色谱条件下展开,显色,在紫外光灯(254nm)下检视,色谱图中供试品在与对照品相应位置上显相同颜色的黄绿色荧光斑点,而阴性对照液则无此斑点。

2.4 含量测定

2.4.1 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液10,15,20,25,30 μ l,分别点于同一薄层板上,按2.2项条件展开,显色,定位,扫描,以点样量为横座标,峰面积为纵座标,绘制标准曲线,得回归方程为 $y=5709375.17X-644.53$ $r=0.9985$

2.4.2 稳定性试验 精密吸取对照品溶液10,20,30 μ l,按2.2项下操作测定,并每间隔30min测定一次,结果表明:橙皮甙自显色后,至少3h内面积积分值基本不变。

2.4.3 精密度试验 同一斑点连续重复扫描测定,RSD为0.35%($n=5$),表明仪器精密度良好。同一样品在同一薄层不同位置点样测得结果RSD为1.65%($n=5$)。同一样品在不同薄层板上不同位置点样测得结果RSD为1.89%($n=6$)

2.4.4 加样回收率测定 精密吸取对照品溶液适量,加入已测知含量并已精密称定重量的样品中,按供试品溶液制备方法项下及实验条件项下操作,测得平均回收率为97.56%,RSD为2.01%($n=5$)

2.4.5 样品测定 精密吸取供试品溶液及对照品溶液各15 μ l,分别点于同一薄层板上,按2.2项下操作,测定供试品和对照品斑点峰面积,按外标两点法计算含量。经对三批样品测定,结果为 $0.84\pm0.016\%$, $0.91\pm0.014\%$ 和 $0.95\pm0.02\%$ ($n=3$)。

3 讨论

采用本法测定小儿消食冲剂中的橙皮甙含量,方法准确,重视性好,适于中间体及成品的含量控制。

供试品溶液的制备采用甲醇回流提取至无色后又继续回流1h,残渣经重复提取又浓缩点样,结果表明,样品中的橙皮甙基本提取完全。

参 考 文 献

- 1 卫生部药典委员会编,中华人民共和国药典。1995年版(一部),广州:广东科技出版社,化工出版社。1995:160~159

收稿日期:1997—06—09