

薄层扫描法测定蛇胆川贝散中西贝碱的含量

李钦¹, 王新春², 王先友¹ (1. 河南大学药学院, 河南 开封 475001; 2. 河南大学东京医院, 河南 开封 475001)

摘要:目的 研究蛇胆川贝散中西贝碱的含量测定方法。方法 采用薄层扫描法进行测定。结果 西贝碱点样量在 0.52 ~ 1.60 μg 之间线性关系良好, 相关系数 $r = 0.9998$ 。回收率为 97.6%, RSD 为 1.88%。结论 本法灵敏、简便、准确, 可用于本制剂的测定和质量控制。

关键词: 蛇胆川贝散; 西贝碱; 薄层扫描法

中图分类号: R283.6; R917.101 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2003)05-0413-03

Determination of imperialine in Shedan Chuanbei Powder by TLC scanning

LI Qin¹, WANG Xin-chun², WANG Xian-you¹ (1. College of Pharmacy, Henan University, Kai feng 475001, China; 2. Dongjing Hospital, Henan University, Kai feng 475001, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop an assay for the quantitative determination of imperialine in Shedan Chuanbei Powder. **METHOD** TLC scanning method was selected to determine the content. **RESULTS** The linearity was obtained over the range of 0.52 ~ 1.60 μg ($r = 0.9998$). The average recovery was 97.6% with RSD = 1.88%. **CONCLUSION** This method is sensitive, simple and accurate for the determination of imperialine content.

KEY WORDS: Shedan Chuanbei powder; imperialine; TLC scanning

蛇胆川贝散系中国药典收载品种^[1], 由川贝母、蛇胆汁二味药材加工而成。具有清肺、止咳除痰作用。用于肺热咳嗽、痰多^[1]。原质量标准没有含量测定指标。川贝母为蛇胆

川贝散中的主药之一。西贝碱为川贝母的主要成分之一^[2,3]。控制西贝碱的含量对于提高蛇胆川贝散的内在质量至关重要。本实验采用薄层扫描法测定蛇胆川贝散中西贝

碱的含量。作为检测和控制该制剂的含量指标,为该制剂的质量控制提供了可行的方法。

1 实验材料与条件

1.1 仪器

薄层扫描仪(TLC Scanner III瑞士CAMAG);点样仪(Nanommat II 瑞士CAMAG);Compa 计算机(配CATS软件);PBQ-I型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);定量毛细管(美国Drummond)。

1.2 试剂

苯、氯仿、醋酸乙酯、无水硫酸钠、氨水均为分析纯。硅胶G(青岛海洋化工厂);西贝碱对照品(中国药品生物制品检定所,供鉴别用,经归一化法测定含量为96.8%),蛇胆川贝散(分别为某厂产品,批号分别为20010806 20010812 20011017)。

1.3 薄层板的制备

取硅胶G 5g,加3倍量0.3%CMC-Na溶液,充分研匀后铺于15cm×20cm的玻璃板上,晾干,105℃活化1h,置干燥器中备用。

1.4 薄层色谱条件

以醋酸乙酯-甲醇-浓氨试液(17:2:1)为展开剂,展开15cm,晾干,105℃烘1h,以改良碘化铋钾显色。薄层色谱效果理想。

1.5 扫描波长的选择

在同一块薄层板上分别点供试品溶液与西贝碱对照品溶液适量,依上法展开,显色。在400~600nm内对西贝碱对照品斑点和供试品色谱中相应的斑点分别进行扫描,结果两者均在470nm处有最大吸收,故选择 $\lambda=470\text{nm}$ 作为测定波长。

1.6 薄层扫描条件

采用单波长反射线性扫描法,扫描宽度:10.0mm,扫描波长为470nm。

2 实验方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称定西贝碱对照品一定量,加氯仿制成0.26mg·mL⁻¹的溶液,即得。

2.1.2 供试品溶液的制备 取蛇胆川贝散适量,研细,精密称取细粉3g,加氨水4mL,密塞1h,加氯仿100mL,超声处理30min,放至室温,用氯仿补足重量,滤过,用氯仿补足重量,滤过,弃去初滤液,取续滤液50mL,水浴蒸干,残渣用氯仿移置1mL量瓶中,加氯仿至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.1.3 阴性对照液的制备 按处方比例及工艺除去川贝母,配制蛇胆川贝散阴性对照,同法制备缺川贝母的阴性对照液。

2.2 薄层色谱方法

精密吸取供试品溶液、阴性对照液各10 μL ,西贝碱对照品溶液3 μL ,按上述条件展开,显色,扫描测定,结果川贝母阴性对照溶液色谱在西贝碱对照品斑点位置上无斑点。说明阴性对照样品无干扰,供试品溶液得到良好分离。

2.3 标准曲线的绘制

精密称取西贝碱对照品适量,加氯仿制成每1mL含0.26mg的溶液,作为对照品溶液,精密吸取西贝碱对照品溶液1,2,3,4,5,6 μL ,分别点于同一硅胶G-CMC薄层板上,依法展开,显色,扫描测定,以点样量(μg)为横坐标,面积积分为纵坐标作图。回归方程为 $Y=527.07x+47.27$, $r=0.9998$ 。结果表明:点样量在0.52~1.56 μg 内,点样量与斑点峰面积呈良好的线性关系。因直线不通过零点,所以用外标二点法。

2.4 稳定性试验

吸取西贝碱对照品溶液3 μL ,点于硅胶G-CMC薄层板上依法展开,显色后每隔30min扫描一次,结果在2h内稳定,RSD=1.062%。

2.5 精密度试验

同一斑点连续扫描5次峰面积值的RSD=0.4%;测定同一薄层板上5个相同量的各对照品斑点峰面积值,RSD=1.8%;测定5块不同薄层板相同量的对照品斑点峰面积值,RSD=2.3%,表明精密度良好。

2.6 重现性试验

照“样品测定”项下的方法,对同一批样品,进行5次测定,结果RSD=2.1%($n=5$),表明重现性良好。

2.7 加样回收率试验

精密量取已测得西贝碱含量的A厂生产(批号20010806)样品6份,分别精密加入一定量的西贝碱对照品,依法测定,计算加样回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验

Tab 1 Result of recovery experiment

序号	加样前含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
1	0.0288	0.039	0.0664	96.4
2	0.0265	0.039	0.0668	97.4
3	0.0273	0.026	0.0527	97.7
4	0.0279	0.026	0.0534	98.1
5	0.0285	0.013	0.0416	100.8
6	0.0243	0.013	0.0367	95.4

2.8 样品测定

精密吸取西贝碱对照品溶液2 μL (点2个点)与5 μL (点2个点),供试品溶液10 μL (点5个点),分别交叉点于同一硅胶G-CMCNa薄层板上,同法展开,显色,扫描测定结果见表2。平均回收率为97.6%,RSD为1.88%。

表2 蛇胆川贝散中西贝碱的测定结果($n=5$)

Tab 2 Content of imperialine in Shedan Chuan Powder($n=5$)

生产厂家	样品批号	含量 (mg/g)	RSD /%
A	20010806	0.0163	2.1
B	20010812	0.0332	2.3
C	20011017	0.0227	1.8

3 讨论

3.1 西贝碱为川贝母的主要成分之一,本法能较好地定量测定蛇胆川贝散中西贝碱的含量,方法简便、准确,可作为蛇

胆川贝散的质量控制指标之一。

3.2 根据西贝碱的理化性质,将蛇胆川贝散,用10%氨水碱化调pH至10,比较了氯仿静置24h提取与超声提取两种提取方法,结果发现氯仿静置24h提取所得样品溶液的色谱上,杂质斑点较多,西贝碱斑点有干扰;而氯仿超声法所得供试液色谱上杂质斑点较少,扫描背景较浅,测定结果准确。故采取用氯仿超声法提取样品供试液。

3.3 实验中曾试用了多种展开系统,结果以本实验所采用的展开条件最佳,斑点圆整,不拖尾,不扩散。

3.4 结果表明,不同批号的蛇胆川贝散,西贝碱的含量可相

差一倍。因此建议生产厂家应在投料前测定川贝母中西贝碱的含量,以保证蛇胆川贝散的质量。

参考文献

- [1] 中国药典2000年版(一部)[S].2000,579.
- [2] 李萍,刘理南,徐国钧.12种贝母的西贝素含量测定[J].中草药,1991,22(5):205.
- [3] 赵德永.4种川贝母的总皂苷、总生物碱及西贝素的含量测定[J].中国中药杂志,1994,19(2):71.

收稿日期:2002-01-25