

薄层扫描法测定感冒止咳口服液中葛根素的含量

闫雪生¹ 于宗渊¹ 陈延龙²

(¹ 山东省中医药研究所 济南 250014; ² 济南东方制药厂 济南 250024)

摘要 采用大孔树脂柱、水和甲醇洗脱,处理样品除杂;薄层扫描法测定葛根素含量。该法简便准确,为含葛根的制剂定量提供参考。

关键词 感冒止咳口服液 薄层扫描法 葛根素

Determination of Puerarin in Ganmaozhike Oral Liquid by TLC-scanning method

Yan Xuesheng, Yu Zongyuan, Chen Yanlong

(Shandong Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan, 250014)

Abstract: Purified with resin chromatography, the contents of puerarin in Ganmaozhike oral liquid were determined by TLC-scanning method.

Key words: Ganmaozhike oral liquid, TLC-scanning method, puerarin

感冒止咳口服液由柴胡、金银花、葛根等 9 味药制成,具有清热解表,止咳化痰之功效。葛根为方中主要药物之一,其主要成分为葛根素。为控制产品质量,采用大孔树脂柱处理样品,薄层扫描法测定葛根素含量,结果准确可靠。采用该方法处理样品,测定制剂中葛根素的含量,还未见文献报道。

1 仪器与试剂

CS-920 型薄层扫描仪:日本岛津。葛根素:中国药品生物制品检定所。感冒止咳口服液:济南东方制药厂。D₁₀₁型大孔树脂:天津制胶厂。硅胶 G:青岛海洋化工厂,自制薄层色谱板 0.4mm。试剂:均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液与供试液的制备 取葛根素对照品适量,精密称定,加甲醇溶解制成 1.0mg/ml 的溶液,作为对照品溶液。精密吸取感冒止咳口服液 2ml,加入已预处理好的大孔树脂柱中(内径 9mm,柱高 10cm),先用水 30ml 洗脱,再用 20ml 甲醇洗脱,收集甲醇洗脱液,置水浴上蒸干,残渣加甲醇溶解并定容至 2ml,作为供试液。

2.2 薄层扫描条件 以含 0.1%CMC-Na

硅胶 G 薄层板,厚 0.4mm,110℃活化 30min。点样,以氯仿-甲醇-水(7:2.5:0.25)^[1]为展开剂,展开,取出晾干,置紫外灯(365nm)下定位,结果见图 1。对其斑点在 200~350nm 波长范围内反射锯齿扫描,表明最大吸收波长为 260nm,故选择测定波长 $\lambda_s = 260\text{nm}$;对葛根素对照品、供试品、缺葛根阴性对照品进行扫描,结果表明供试品色谱中葛根素斑点扫描曲线基本回到基线,阴性无吸收,见图 2。

2.3 线性关系考察

精密吸取葛根素对照品溶液各 1,2,3,4,5 μl ,分别点于同一薄层板上,依法展开和测定。结果

表明葛根素在 1~5 μg 之间浓度与峰面积成线性关系。得回归方程为 $Y = 3117.8x + 751.3, r = 0.9982$ 。

2.4 精密度试验 同一薄层板上,分别点

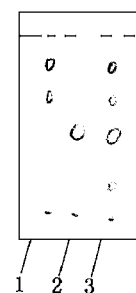


图 1 葛根素薄层色谱

1. 缺葛根阴性对照品
2. 葛根素对照品
3. 供试品

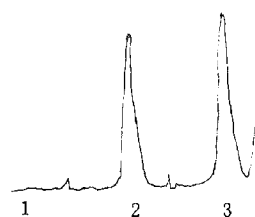


图 2 薄层色谱扫描曲线

3 μ l 葛根素对照品溶液,按实验条件测定,结果 $RSD=1.21\%$ ($n=6$),同板精密度良好。在不同薄层板上,分别点 3 μ l 葛根素对照品溶液,按实验条件测定,结果 $RSD=1.86\%$ ($n=5$),异板精密度良好。

2.5 稳定性试验 取对照品溶液 3 μ l 点于薄层板上,展开,扫描,每间隔 30min 重复一次。结果在 3h 内积分面积值基本不变($RSD=2.3\%$, $n=7$)。

2.6 回收率测定 精密吸取已知含量的同一批号样品 1ml,分别精密加入葛根素对照液 1ml(含葛根素 1mg),依法测定,计算样品的回收率为 96.72% ($RSD=2.7\%$)。

2.7 样品的测定 精密吸取供试品液 2 μ l、葛根素对照品液 1、3 μ l;分别交叉点于同一薄层板上,展开,测定,结果见表 1。

表 1 感冒止咳口服液中葛根素含量($n=4$)

样品批号	葛根素含量(%)	$RSD(\%)$
960510	0.148	1.32
960520	0.125	2.13
960615	0.112	1.87

3 讨论

感冒止咳口服液中成分复杂,采用其它处理样品方法很难消除杂质对葛根素的干扰。大孔树脂吸附柱对葛根素有较好的吸附能力(中性条件),采用大孔树脂吸附柱处理样品,可使葛根素斑点背景干扰明显减少,且阴性无干扰,从而提高了含量测定结果的准确性,也为含葛根制剂含量测定提供了方法。除对本品中的葛根素含量测定外,还采用薄层-紫外法测定了黄芩甙的含量^[2]。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.广州:广东科学技术出版社,1995.296
- 2 闫雪生.薄层-紫外法测定感冒止咳口服液中黄芩甙的含量.中药新药与临床药理,1996,7(3):34

(收稿:1998-10-05)