

薄层扫描法测定皖贝精胶囊贝母素甲的含量

李成网, 李清华

(安徽省医学科学研究所, 合肥 230061)

中图分类号: R284.2 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2001)03-0021-02

皖贝精胶囊是我所研制的二类止咳祛痰新药, 已申报生产, 是由皖贝母^[1] (安徽贝母 *Fritillaria anhuiensis*) 提取物制成, 皖贝母为 1990 年批准的一类新药(中药材), 其主要活性成份为异甾生物碱, 经分离鉴定为贝母素甲, 贝母素乙, 异贝母甲素, 贝母辛^[1]。从皖贝母中尚分得二萜成分 ent-kaure-15-en-17-ol, ent-kaure-16 β , 17-diol 和 β -谷甾醇及胡萝卜甙^[2], 此外分得腺苷^[3] 也具有一定的活性。该制剂主要有效成分为总生物碱, 贝母素甲是其主要成分之一, 为了控制产品质量, 我们选定总生物碱^[4] 和贝

母素甲为控制指标。在参考文献的基础上^[5], 本文探讨了贝母素甲薄层扫描定量方法, 结果令人满意。

1 仪器与试药

双波长薄层扫描仪(日本岛津 CS-930 型); 定量毛细管(Drummond Scientific Co USA); 高效硅胶 G 薄层板(山东烟台化工研究所); 对照品贝母素甲(中国药品生物制品检定所); 试剂均为分析纯; 皖贝精胶囊(0.17g/粒) 样品(安徽医学科学研究所); 批号 970116, 970123, 970130。

2 实验方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取贝母素甲对照品适量, 加乙醇制成每 1ml 约含 1mg 的溶液, 即得。

收稿日期: 2000-09-01

2.2 供试品溶液的制备 取本品 2.5g, 精密称定, 置三角烧瓶中, 精密加入乙醇 50ml, 称重, 浸泡 24h, 称重, 用乙醇补足损失的重量, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 25ml, 水浴蒸干, 残渣加乙醇溶解, 定量转移至 10ml 量瓶中, 加乙醇至刻度, 摇匀即得。

阴性样品溶液的制备 取不含皖贝提取物的胶囊内容物 2.5g, 精密称定, 以不同供试品溶液的制备。

2.3 薄层和薄层扫描条件 吸取供试品溶液 5 μ l, 对照品溶液 2 μ l 和 5 μ l, 分别交叉点于同一高效硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-醋酸乙酯-二乙胺(6:4:1)为展开剂, 展开 10cm, 取出晾干, 置 105℃烘箱中 2h, 放冷。以稀碘化铋钾试液显色, 封板, 先进行薄层光谱扫描, 确定 $\lambda_s = 495\text{nm}$, $\lambda_r = 600\text{nm}$, 再进行双波长反射法锯齿扫描, 狭缝 $0.4 \times 0.4\text{mm}$, $SX = 3$, 灵敏度 M。

2.4 标准曲线的制备 精密吸取贝母素甲对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开和测定。以浓度为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 16307.681X - 10192.451$, $R = 0.998$ 。结果表明, 贝母素甲浓度在 1~5 μg 范围内浓度与吸收峰面积呈良好的线性关系, 但不通过原点, 故采用外标两点法进行测定。

2.5 稳定性试验 对同一对照品斑点, 每隔 30min 扫描一次, 结果在 2.5h 内稳定, $RSD = 1.05\%$ 。

2.6 精密度试验 取同一对照品溶液, 点相同量的 5 个点在同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 测定, 结果平均值为 41028.5, $RSD = 1.69\%$, 取对照品溶液点于硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 对该点连续测定 5 次, 结果平均值为 41335.7, $RSD = 0.51\%$, 另取同一对照品溶液, 点相同量 5 份于 5 块硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 测定, 结果平均值为 39910.7, $RSD = 2.88\%$, 精密度良好。

2.7 重现性试验 取同一样品 5 份依法制成供试品溶液, 测定, 平均值为 0.6845mg/粒, $RSD = 2.28\%$, 结果表明本法重现性较好。

2.8 加样回收率试验 取同法测定的已知含量的皖贝精胶囊样品 5 份, 分别定量加入对照品适量, 依法进行提取, 测定, 计算回收率, 结果见表 1。结果表明, 贝母素甲的平均加样回收率为 96.77%, $RSD = 1.31\%$, 结果表明本法准确性良好。

2.9 样品含量测定 3 批样品中贝母素甲的含量分别为 0.6625mg/粒(批号 970116), 0.6845mg/粒(批号 970123), 0.6775mg/粒(批号 970130)。

表 1 样品中贝母素甲的加样回收率试验结果

已知量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
5.213	4.842	9.968	98.20
5.736	4.842	10.378	95.87
6.517	4.842	11.171	96.12
7.792	6.908	14.568	98.09
7.014	6.908	13.616	95.57
$\bar{X} = 96.77\%$		$RSD = 1.31\%$	

3 讨论

本法在薄层展开后层析板置 105℃烘箱中 2h 充分除尽二乙胺, 否则显色后背景颜色过深, 将影响测定。采用薄层扫描法测定皖贝精胶囊中贝母素甲的含量, 方法简便, 稳定, 重现性好, 控制本品的质量可以达到方便, 正确的目的。

参考文献:

- [1] 李清华, 吴宗好. 安徽贝母生物碱的分离和结构鉴定[J]. 药学学报, 1986, 21(10): 767.
- [2] 李清华, 张连龙, 吴宗好. 安徽贝母二萜成分的研究[J]. 中国中药杂志, 1990, 15(3): 170.
- [3] 陈泽乃, 陆阳, 徐佩娟, 等. 中药贝母中水溶性成分的研究[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(7): 420.
- [4] 李成网, 朱治付, 李清华. 酸性染料比色法测定皖贝精胶囊中皖贝总碱的含量[J]. 安徽中医学院学报, 1996, 15(6): 43.
- [5] 商慧娟, 钱本余. 鼻鸪清热胶囊中贝母素甲的含量测定[J]. 中成药, 1996, 18(2): 14.