

# 薄层扫描法测定肺保三效片中咖啡因、茶碱的含量

屈爱桃 孙利明 杨海波<sup>1</sup> (内蒙古医学院药理学系, 呼和浩特 010059)

屈志军 (内蒙古医药公司, 呼和浩特 010059)

肺保三效片含咖啡因(1)、茶碱(2)等7种组分, 是治疗支气管哮喘的常用药物。内蒙古药品标准<sup>[1]</sup>, 河北省药品暂行标准只规定了对乙酰氨基酚及苯妥英钠的含量测定。对咖啡因、茶碱未作规定。文献报道的 HPLC<sup>[2]</sup>, 双波长线性回归分光光度法<sup>[3]</sup>, 亦仅测定其中某些成分。本文采用双波长薄层扫描法, 在同一块薄层板上同时测定1,2的含量。简便、快速, 结果满意。

## 1 仪器与试剂

岛津 CS-930 薄层扫描仪; PQB-I型薄层自动铺板器; 1  $\mu$ l 2  $\mu$ l 3  $\mu$ l 5  $\mu$ l 定量毛细管(美国 Drummond 公司出品); 硅胶 GF254(青岛海洋化工厂); 标准品(均由中国药品生物制品检定所提供); 试剂(均为分析纯); 肺保三效片(市售品)

## 2 分析条件的选择

### 2.1 薄层条件

薄层板: 硅胶 GF254-0.5% CMC-Na(1:3) 湿法铺板(层厚0.6 mm), 晾干、在110°C活化1 h, 置干燥器中备用; 展开剂: 氯仿-甲醇-乙酸乙酯-氨水(10:2:2:0.5)。

### 2.2 扫描条件

1,2 均采用双波长反射锯齿扫描,  $\lambda_S = 270$  nm  $\lambda_R = 350$  nm, 灵敏度中等; 背景校正 ON; SX = 3; 狭缝1.2X1.2 mm。

## 3 溶液制备

### 3.1 样品液制备

取肺保三效片10片, 去糖衣, 精密称重。研细后, 精密称取适量(约相当1片的重量), 置于25 ml 烧杯中, 加入适量氯仿搅拌、溶解、过滤, 反复用氯仿洗涤滤渣, 合并滤液于25 ml 容量瓶中,

用氯仿定容即得样品液。

### 3.2 空白对照液制备

按处方配比制得除去咖啡因和茶碱的模拟片粉, 称取适量(约相当1片的重量), 以下操作同3.1项下。

### 3.3 标准液制备

精称取1、2标准品适量, 用氯仿溶解, 分别制成0.50 mg/ml、0.52 mg/ml 的标准液。

## 4 定性鉴别

取样品液8  $\mu$ l, 空白对照液8  $\mu$ l, 标准品液3  $\mu$ l 点于同一薄层板上, 饱和1.5 h, 展开后晾干, 在荧光灯(波长254 nm)下观察到样品液与1、2标准品液在相应位置上显相同颜色的荧光斑点。见图:

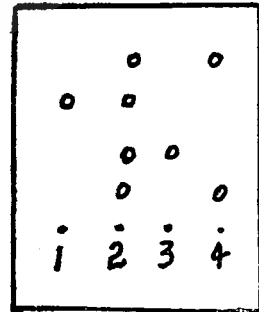


图 薄层色谱图

1. 咖啡因标准品      2. 肺保三效片(样品)  
3. 茶碱标准品      4. 空白对照液

## 5 稳定性试验

对展开后的1、2的荧光斑点每隔20 min 扫描1次, 在2 h内结果均很稳定。

1 本校94届实习生

## 6 板间差异实验

将1标准液3  $\mu\text{l}$  分别点于5块薄层板上,测定各板积分面积,算得板间 RSD = 0.62%。同法测定2的板间 RSD = 0.52%。

## 7 定量测定

### 7.1 标准曲线的绘制

分别将1,2标准液各1.0、2.0、3.0、4.0、5.0  $\mu\text{l}$  6.0、7.0、8.0、9.0、10.0  $\mu\text{l}$  点于薄层板上,饱和1.5 h后,展开、晾干、扫描。点样量(x)在1—10  $\mu\text{g}$  范围内与斑点面积积分值(y)呈线性关系。回归方程分别为:

$$y = 4289 + 56446x \quad r = 0.9992$$

$$y = 28021 + 9841x \quad r = 0.9998$$

### 7.2 回收率实验

按处方配比制得模拟片粉,精密称取适量(相当1片的重量),按3.1项下方法制备样品液。点样8  $\mu\text{l}$ ,展开扫描,测得1、2的平均回收率分别为99.43% RSD = 1.6% (n = 6); 100.1%, RSD = 1.5% (n = 6)。

### 7.3 样品测定

取标准品溶液3  $\mu\text{l}$ —6  $\mu\text{l}$ , 样品溶液8  $\mu\text{l}$  点样(均点2个),饱和,展开扫描,测得样品及标准品

的积分面积值,按外标两点法计算含量。结果见表。

表 样品测定结果(n = 6)

批号	茶碱		咖啡因	
	标示量(%)	RSD(%)	标示量(%)	RSD(%)
921245	100.3	0.87	100.1	0.82
930717	100.2	1.59	98.43	0.91
930935	98.42	1.66	100.1	1.17
930957	98.17	1.16	99.74	1.06

## 8 讨论

由实验得出饱和1.5 h分离效果最好,可使各组分完全分离开,斑点清晰。

## 参 考 文 献

- 1 内蒙古自治区卫生厅编. 内蒙古药品标准1990年版. 229—230
- 2 王云志, 黄喜茹, 钟文英等. HPLC法测定肺保三效片的含量. 药物分析杂志, 1992, 12(5), 296
- 3 鲁敏, 盛义朝, 张尊建等. 双波长—线性回归分光光度法同时测定肺保三效片中四种主要成分的含量. 分析化学, 1993, 21(2), 245

收稿日期: 1995—10—20