

# 薄层扫描法测定蒙成药地格达—4汤中栀子甙的含量

乌兰娜日 (内蒙古医院药局, 呼和浩特市 010020)

王伟 王玉华 张大勇 (内蒙古医学院药理学系, 呼和浩特市 010059)

**摘要** 用薄层扫描法对蒙成药地格达—4汤中栀子甙的含量进行了测定,  $\lambda_B = 240 \text{ nm}$ ,  $\lambda_R = 310 \text{ nm}$ 。方法简单, 结果准确、精密。平均回收率为98.6%, RSD为1.20% ( $n = 6$ )。

**关键词** 地格达—4汤 栀子甙 薄层扫描

地格达—4汤<sup>[1]</sup>是由栀子、黄连、紫花地丁、瞿麦四味药制成的复方制剂, 是蒙医清热解毒用药。为控制制剂的质量, 对其有效成分之一的栀子甙用薄层扫描法测定了含量。

## 1 仪器和试剂

岛津 CS-930型薄层扫描仪(日本); PBQI型薄层自动铺板仪(重庆南岸新力实验电器厂); 容量仪器均经校正。

栀子甙对照品(中国药品生物制品检定所); 地格达—4汤(内蒙古蒙药制药厂, 批号950628、950814; 自制品, 批号951021); 硅胶 GF<sub>254</sub>(青岛海洋化工厂); 所用试剂均为分析纯。

## 2 溶液制备

2.1 栀子甙对照品溶液的制备: 称取栀子甙对照品约4 mg, 精密称定, 加甲醇溶解并定容于5 ml量瓶中, 作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备: 称取供试品约3 g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加入乙醇至水浴加热回流提取8 h, 回收乙醇。残渣用甲醇溶解并定容于10 ml量瓶中, 作为供试品溶液。

2.3 阴性对照液的制备: 称取不含栀子的处方量的其它药材混合粉末(40目)1.5 g, 与供试品溶液同法制备, 作为阴性对照液。

## 3 实验条件

### 3.1 薄层层析条件

吸附剂: 硅胶 GF<sub>254</sub>—0.5% CMC-Na(1:3) 厚度0.5 mm, 105°C活化1 h。

展开剂: 用二种展开剂 氯仿—甲醇—浓氨水(4:1:0.2)和氯仿—甲醇(3:1)分别进行试验, 结果表明, 氯仿—甲醇—浓氨水(4:1:0.2)为展开剂时分离效果好, 色谱斑点集中, 且阴性对照不干扰测定。

3.2 提取时间的考察: 分别用索氏提取器对样品回流提取4、6、8、10 h, 其中8 h和10 h的测得量最大, 且一致, 故确定回流提取时间为8 h。

3.3 波长的选择: 将栀子甙对照品溶液、供试品溶液以及阴性对照液点于同一薄层板上, 展开, 在紫外灯(254 nm)下观察斑点位置并定位。于200~370 nm范围内进行光谱扫描。根据光谱图其 $\lambda_S = 240 \text{ nm}$ ,  $\lambda_R = 310 \text{ nm}$ 。

3.4 线性关系: 在同一薄层板上点栀子甙对照品溶液1、2、3、4、5  $\mu\text{l}$ , 展开, 定位, 作双波长锯齿扫描。以点样量为横坐标, 斑点积分值为纵坐标, 最小二乘法求得回归方程为  $y = -436.74 + 8677.72x$ ,  $r = 0.9997$  ( $n = 3$ )。结果表明, SX = 3时, 在0.8~4  $\mu\text{g}$  范围内, 点样量与峰面积的线性良好。

#### 4 稳定性试验

在薄层板上点 2  $\mu$ l 栀子甙对照品溶液, 展开、定位、扫描, 并每隔 30min 扫描一次。结果表明, 斑点在 2 h 内稳定。

#### 5 精密度试验

在同一薄层板上点栀子甙对照品溶液 2  $\mu$ l 和供试品溶液 2  $\mu$ l, 各点 6 个点。展开, 定位、测

定。结果, RSD 分别为 1.80% 和 2.14%。

#### 6 加样回收试验

取已知含量的本品约 1g (每克含栀子甙 6.352 mg), 精密称定, 精密加入栀子甙对照品约 6 mg, 以下操作同供试品溶液的制备及含量测定。结果见表 2。

表 2 回收率试验结果

供试品量 (g)	供试品含有量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1.0045	6.381	6.240	12.521	98.4	98.6	1.20
1.1013	6.995	6.013	12.984	99.6		
0.9910	6.295	6.020	12.134	97.0		
1.0781	6.848	5.950	12.673	97.9		
0.9874	6.272	5.980	12.162	98.5		
1.1204	7.117	5.740	12.874	100.3		

#### 7 供试品测定

将栀子甙对照品溶液 2  $\mu$ l 和 4  $\mu$ l, 供试品溶液 2  $\mu$ l 交叉点于同一薄层板上, 展开、定位(薄层谱见图)、扫描。由仪器内存外标二点法程序定量, 微处理机直接打印出浓度值, 再计算出供试品的测得量及含量。结果见表 3。

表 3 地格达—4 汤中栀子甙的测定结果

批号	供试品量 (g)	测得量 (mg)	含量 (%)	平均含量 (%)	RSD (%)
950628	3.7510	15.845	0.4224	0.4288	1.55
	3.6724	16.000	0.4357		
	3.7113	15.900	0.4284		
950814	3.5117	15.050	0.4286	0.4296	2.09
	3.6940	15.560	0.4212		
	3.6278	15.930	0.4391		
951021	2.8296	18.035	0.6374	0.6352	1.49
	2.8367	18.250	0.6434		
	2.7654	17.280	0.6249		

#### 8 讨论

8.1 本品为蒙医清热解毒药物, 其中栀子甙是有效成分之一, 在《内蒙古蒙成药标准》中未制定含量测定的标准。本文建立了该成药中栀子甙的含量测定方法, 为控制其质量提供了有效方法。

8.2 阴性对照液点 2  $\mu$ l, 按上述条件展开(见图), 在紫外灯(254 nm)下观察, 在与栀子甙斑点 Rf 值

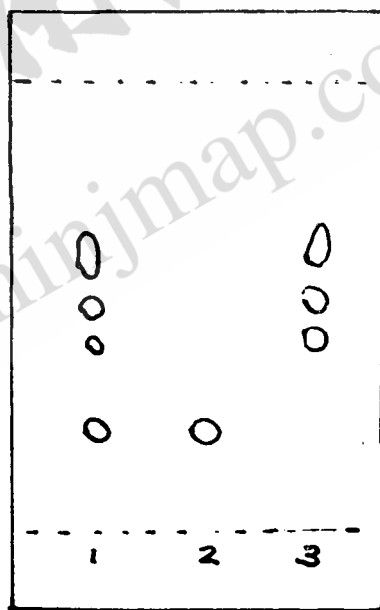


图 地格达—4 汤中栀子甙薄层图谱

1. 供试品 2. 栀子甙对照品 3. 阴性对照

相同处无对应斑点, 因此, 其它组分在此条件下不干扰测定。

#### 参考文献

1 内蒙古自治区卫生厅编, 内蒙古蒙成药标准。

收稿日期: 1996-01-11