

# 薄层扫描法测定入梦香胶囊中小檗碱的含量

赵 晔, 孙文基

(西北大学 生命科学学院, 陕西 西安 710069)

**摘要:**采用薄层扫描法测定中药入梦香胶囊中小檗碱的定量方法,取样品内容物用盐酸-甲醇(1:100)浸泡过夜,超声处理后,过滤,收集滤液,点样于硅胶G薄层板上,选用苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12:6:3:3:1)为展开剂,另槽加入等体积的浓氨试液,预平衡,展开后用薄层扫描仪于 $\lambda=366\text{ nm}$ 处进行测定,平均回收率为97.33%,不同浓度下相对标准偏差分别为1.83%,2.13%,1.72%。该方法灵敏、准确、简单、专属性强,可用于本制剂的含量测定及质量控制。

**关键词:**入梦香胶囊;小檗碱;薄层扫描法

**中图分类号:**TQ460.7+2 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-274X(2001)05-0441-04

入梦香胶囊系由黄连、人参、酸枣仁、龙骨、牡蛎等多味中药组成,具有镇静安眠、清心解郁、醒脑益智之功效。方中黄连为君药,主要含小檗碱、黄连碱、甲基黄连碱等生物碱,其中小檗碱为主要成分,具有解热、镇静的作用。<sup>[1-3]</sup>我们以小檗碱的含量作为香胶囊的指标成分,用薄层扫描法测定了10批入梦香胶囊中小檗碱的含量,结果可靠,为本制剂提供了一个主要的质控指标。

## 1 仪器与材料

CAMAG TLC SCANNER 3 薄层扫描仪(瑞士),定量毛细管(Drummond,美国),薄层层析硅胶(GF-60型,青岛海洋化工厂),小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所提供),样品、阴性对照品由陕西艾康沙棘制药有限公司提供,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 对照品溶液的配制

精确称取真空干燥24 h的小檗碱对照品适量,加甲醇配成0.06 mg/mL的溶液,作为对照品溶液,摇匀,于冰箱保存。

### 2.2 供试品溶液的制备

取本品20粒的内容物,混匀,研细,取0.8 g置

于50 mL量瓶中,准确加入盐酸-甲醇(1:100)25 mL,密塞,称重,浸渍过夜,振摇使溶散,超声处理45 min,放冷,再称重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,过滤,弃去初滤液,取续滤液作为供试品溶液。阴性对照溶液同法制备。

### 2.3 薄层色谱条件

吸附剂:硅胶G薄板;展开剂:苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨液(12:6:3:3:1),另槽加入等体积的浓氨液,预平衡15 min,上行展开,紫外灯下(365 nm)观察,盐酸小檗碱斑点呈黄绿色,边缘清晰。

### 2.4 薄层扫描条件

$\lambda=366\text{ nm}$ ,狭缝6.0 mm×0.3 mm。

### 2.5 线性关系的考察

精确吸取对照品溶液1,2,3,4,5,6  $\mu\text{L}$ ,点于同一硅胶G薄板上,依法展开,取出晾干,扫描测定。以峰面积为纵坐标,点样量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=35\ 894.95X+885.83$ ,相关系数 $r=0.999\ 49(n=6)$ ,含量测定时采用外标两点法定量。

### 2.6 精密度试验

取0.06 mg/mL的对照品溶液,于同一硅胶G薄板上点6个等样量的点,依法展开,扫描测定,相对标准偏差为0.90%( $n=6$ )。

收稿日期:2000-08-29

作者简介:赵 晔(1974-)女,辽宁本溪人,西北大学教师,硕士,主要从事药物分析方面的研究。

表 1 回收率试验

Tab. 1 Recoveries of berberine in Rumeng Xiang capsul

已知量 /ng	加入量 /ng	测得值 /ng	回收率 /%	平均回收率 /%	相对标准偏差 /%	总平均回收率 /%
151.021	18	168.142	95.12	96.75	1.83	97.33
	18	168.775	98.63			
	18	168.393	96.51			
	60	210.271	98.75	98.56	2.13	
	60	208.844	96.37			
	60	211.350	100.55			
	120	266.087	95.89	96.68	1.72	
	120	269.327	98.59			
	120	265.702	95.57			

表 2 10 批样品中小檗碱的含量测定结果

Tab. 2 Contents of berberine in Rumeng Xiang capsul

批号	取样量 /mg	测得值 /ng	含量 /%	平均含量 /%	总平均 含量/%
000311	800.96	176.867	0.138	0.139	0.133
		179.962	0.140		
000312	800.29	185.202	0.145	0.144	
		181.881	0.142		
000313	800.00	177.740	0.139	0.139	
		177.039	0.138		
000324	800.13	179.388	0.140	0.140	
		177.838	0.139		
000325	800.21	158.486	0.124	0.126	
		162.965	0.127		
000326	800.34	180.921	0.141	0.138	
		173.300	0.135		
000417	800.23	163.328	0.128	0.127	
		159.488	0.125		
000418	800.19	151.695	0.118	0.118	
		150.330	0.117		
000429	800.41	165.346	0.129	0.130	
		166.480	0.130		
000430	800.15	169.299	0.132	0.132	
		169.122	0.132		

### 2.7 稳定性试验

取供试品溶液,点样 4  $\mu\text{L}$ ,展开后分别于 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 h 进行扫描,观察其峰面积的变化,结果表明峰面积在 4 h 内是稳定的,相对标准偏差为 1.49% ( $n=6$ )。

### 2.8 提取时间的考察

称取胶囊内容物 0.8 g,加入盐酸-甲醇(1:100)25 mL,称重,浸泡过夜,再称重,用甲醇补充损失的重量,超声处理,分别于超声 0.5, 10, 20, 30, 45, 60, 80 min 吸取溶液 4  $\mu\text{L}$ ,分别点样,同时点 0.06 mg/mL 的对照品溶液 2  $\mu\text{L}$ , 4  $\mu\text{L}$ ,展开后进行扫描测定,以提取时间为横坐标,峰面积为纵坐标绘图,曲线于 45 min 点趋于平滑,故选择超声时间为 45 min。

### 2.9 重现性试验

取同一供试品,按照含量测定的方法,重复测定 6 次,观察峰面积的变化,相对标准偏差为 0.53%。

### 2.10 回收率试验

精密吸取已知含量的同一供试品溶液 800  $\mu\text{L}$ ,共 3 份,再加入浓度分别为 0.018 mg/mL, 0.060 mg/mL, 0.120 mg/mL 的对照品溶液 200  $\mu\text{L}$ ,在同一硅胶 G 薄板上点样 5  $\mu\text{L}$ ,每份供试品溶液点 3 个点,依次展开,晾干,扫描测定。结果见表 1

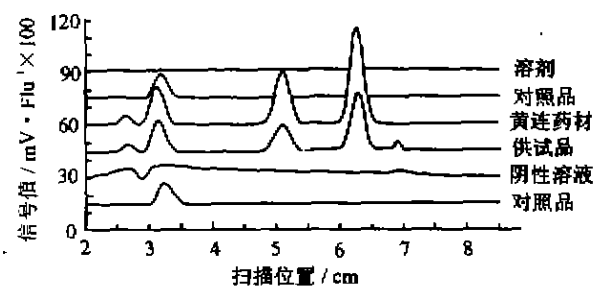


图 1 干扰性试验薄层扫描图

Fig. 1 TLC scanner figure of different samples

### 2.11 干扰试验

吸取阴性溶液 4  $\mu\text{L}$ ,供试品溶液 4  $\mu\text{L}$ 及对照品溶液点于同一硅胶 G 薄板上,展开后晾干,扫描。

结果见图 1。从图中可以看出,在相对应于盐酸小檗碱的位置上未检出任何峰,吸收度积分值为零,表明阴性溶液无干扰。

### 2.12 样品的测定

按样品溶液的制备和测定方法,分别测定了 10 批样品中小檗碱的含量,小檗碱以盐酸小檗碱( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )计,见表 2,扫描图见图 2。

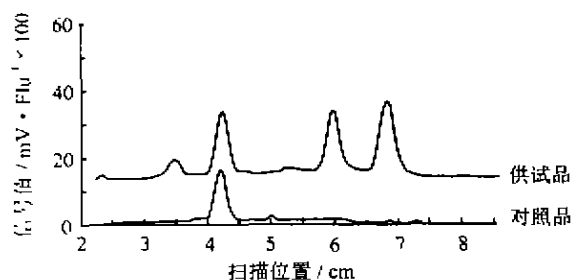


图 2 人梦香胶囊薄层扫描图

Fig. 2 TLC scanner figure of rumeng xiang capsul

### 2.13 黄连药材中小檗碱的含量测定

取药材粉末约 0.05 g,精确称定后置于 50 mL 量瓶中,准确加入盐酸-甲醇(1:100)25 mL,以下操作同前。吸取供试品溶液 2  $\mu$ L,对照品溶液 2  $\mu$ L 与 1  $\mu$ L,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按照拟定的测定方法进行测定,市售 3 批黄连药材中小檗碱的测定结果见表 3,小檗碱以盐酸小檗碱( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )计,薄层扫描图见图 3。

表 3 市售 3 批黄连药材中小檗碱的含量测定结果

Tab. 3 Contents of berberine in *Rhizoma coptidis*

编号	取样量/mg	斑点	测得值/ng	含量/%	平均含量/%	相对标准偏差/%	总平均含量/%
1	50.33	a	216.596	5.38	5.43	1.49	5.60
		a	216.449	5.38			
		a	222.224	5.52			
2	50.21	b	218.554	5.44	5.41	2.10	5.60
		b	212.108	5.28			
		b	220.823	5.50			
3	50.58	c	244.682	6.05	5.98	1.16	5.60
		c	242.645	6.00			
		c	237.946	5.88			

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中国药典 2000 版(第一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2000. 250.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典(下册)[M]. 上海:上海科学技术出版社,1986. 2022.
- [3] 赵陆华. 高效液相色谱法分析中药成分手册[M]. 北京:中国医药科技出版社,1991. 548.
- [4] 吴 珍. 双波长薄层扫描法测定黄连丸中盐酸小檗碱的含量[J]. 时珍国药研究,1996,7(5):282.
- [5] 毛爱英. 利川产黄连须中小檗碱薄层扫描法的含量测定[J]. 湖北中医杂志,2000,22(3):49.

(编辑 徐象平)

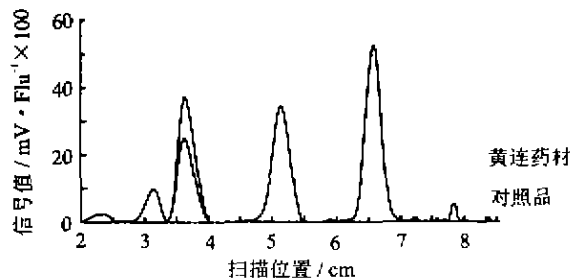


图 3 黄连药材薄层扫描图

Fig. 3 TLC scanner figure of rhizoma coptidis

## 3 讨论与小结

1) 人梦香胶囊为中药复方制剂,黄连为君药,以黄连中的主要成分小檗碱为人梦香胶囊含量测定的指标成分,是比较合理的。

2) 中药中小檗碱的测定方法有多种,如分光光度法、高效液相色谱法等,由于复方中成分复杂,用分光光度法测定干扰较多,专属性不强,高效液相色谱法前处理过程繁杂,色谱峰峰形不好,有拖尾,且容易污染柱子。选用薄层扫描法测定,简单、准确、灵敏、快速,结果可靠,特别适合中药复方中某一成分的测定。

## Determination of berberine in rumeng xiang capsul by TLC scanning

ZHAO Ye, XUN Wen-ji

(College of Life Science, Northwest University, Xi'an 710069, China)

**Abstract:** OBJECTIVE To study a TLC fluorescent scanning method for separation and determination of berberine in Rumeng Xiang capsul. METHODS The contents of capsul were intused in hydrochloride-methanol (1 : 100) for 24h, supersonicated for 45min, then filtered. The filter hquor was applicated on a silica gel G plate and developed at room temperature with benzene ethyl acetate-methanol-sopropanol-ammonia solution (12 : 6 : 3 : 3 : 1). The seperated spots were scanned at  $\lambda=366\text{nm}$ . RESULTS The analytical recovery was 97.33%, and RSD were 1.83%, 2.13%, 1.72% at different concentration respectively. CONCLUSION This method was simple, sensitive, accurate and specific. It was successfully used to determine the berberine in Rumeng Xiang capsul.

**Key words:** rumeng xiang capsul; berberine; TLC scanning

### · 学术动态 ·

## 第 18 届全国青少年信息学奥林匹克竞赛在西北大学闭幕

历时 5 天的第 18 届全国青少年信息学奥林匹克(海信杯)竞赛 9 月 6 日下午在西北大学降下帷幕。经过预赛和两次比赛的激烈角逐,符文杰等 12 名选手摘取了本届信息学奥赛的金牌,湖南代表队等 7 个代表队获得团体奖,陕西省副省长陈宗兴、西北大学校长孙勇教授等参加了闭幕式并为获奖者颁奖。

信息学奥林匹克竞赛的比赛方式是让选手在限定的时间内,用计算机编程的方法解决给定任务,具有创新能力、对信息科学技术领域的知识有较广博涉猎的选手,将在竞赛中脱颖而出,成为优胜者。为了激发青少年对信息科学的兴趣,发掘培养有才华的优秀人才,世界上许多国家均举办类似的全国奥林匹克竞赛,并选拔优秀选手参加一年一度的国际竞赛。我国青少年信息学奥林匹克竞赛的前身是全国青少年计算机程序设计竞赛,1989 年举办了首届国际信息学奥林匹克竞赛之后改名为全国青少年信息学奥林匹克竞赛,每年在全国各个不同的城市举行,各省市均可派一个代表队参加,由 3 名年龄不足 19 岁的在校中学生和 1 名领队教师组成,队中一般至少 1 名女选手。

本届信息学奥林匹克竞赛共有来自全国各省市区的 33 个代表队的 108 名选手参赛。经过紧张激烈的角逐,湖南代表队获得团体总分第 1 名,安徽代表队、上海代表队并列团体总分第 2 名,北京、福建、江苏、广东、分区联赛等代表队分获团体总分第 3~7 名,以上 7 个队同时获得团体奖,上海代表队的符文杰、周文超、张家琳,湖南代表队的杨旻旻、张一飞、何林,安徽代表队的骆骥、高赛蕊,北京代表队的侯启明、李澎煦、何江舟,福建代表队的王知昆等 12 名选手获得了本届奥赛的金牌。戴承德等 23 名选手获得 2 等奖,韦铁群等 34 名选手获得 3 等奖,新疆代表队的杨耕华和宁夏代表队的孙哲获得特别鼓励奖。闭幕式上,还对第 6 届全国青少年信息学奥林匹克竞赛分区赛进行了总结,陕西省、新疆维吾尔自治区、内蒙古自治区、甘肃省、贵州省、黑龙江省作为分区联赛优秀参赛单位,江苏赛区、广东赛区、山东赛区、辽宁赛区、河北赛区、湖北赛区作为优秀组织者受到表彰奖励。

本届竞赛由中国计算机学会主办,西北大学、陕西省计算机学会、陕西省科协承办,海信信息产业集团提供赞助。据悉,获得金奖的 12 名选手将进行集训选拔,参加将于 2002 年在韩国举办的国际信息学奥林匹克竞赛。

(高立勋)