

光谱较待测组分盐酸苯海拉明吸收光谱简单,即干扰组分单糖浆的数学分量小,采用褶合光谱分析法可以在干扰组分共存条件下,不经分离,通过褶合变换消除单糖浆的干扰,从而对盐酸苯海拉明进行准确测定。方法简便快速。

表 2 三批样品中盐酸苯海拉明的测定结果(标示量%)

批 次	褶合光谱法	双相滴定法(文献法)
1	100.10	98.92
2	98.81	98.53
3	99.94	100.14

2. 由于盐酸苯海拉明糖浆所含糖浓度高,粘度大,在用移液管取样时,当放完样品后,一定要用少量溶剂洗出移液管内壁残留的附着液,并入样品中,这样可以减少取样误差,保证结果准确。

参考文献

[1] 济南部队后勤部卫生部编. 药局操作手册, 第一版. 济南: 山东科技出版社, 1982: 202~3  
 [2] 中国人民解放军总后勤部卫生部编. 医疗单位制剂规范. 北京: 人民军医出版社, 1993: 106  
 [3] 程一兰. 盐酸苯海拉明糖浆的紫外分光光度测定法. 中国医院药学杂志, 1986; 6(9): 35~6

## 猪胆膏有效成分含量测定的研究

王志华 郭 莉 刘瑞明 庄 炜

(南京军区南京总医院中山制药厂 南京 210012)

**摘要** 采用薄层扫描法测定猪胆膏中有效成分猪去氧胆酸的含量,方法简便,可靠,适用于对猪胆膏的质量控制。

**关键词** 猪胆膏;质量控制;薄层扫描法

猪胆为一常用中药,功能清热、润燥、解毒。现代医学研究表明,其有镇咳、平喘、消炎、抗过敏、抑菌作用<sup>[1]</sup>。猪胆膏由新鲜猪胆收集后取其胆汁,经过滤、浓缩、干燥而加工制成。由于猪胆膏的生产工艺简单,所含成分较复杂,久放常易发酵变质,使有效成分降低。现有猪胆膏质量标准<sup>[2]</sup>尚缺乏切实可行的测定含量的方法,我们以猪胆膏所含有效成分猪去氧胆酸为指标,建立薄层扫描的方法测定含量,提高了猪胆膏的质量标准。

### 一、仪器、材料与试剂

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津);SPU-I 喷雾显色器(日本岛津);薄层自动铺板器、混浆器(重庆南岸新力实验电器厂);微量点样毛细管(Drummond Sc Co USA);薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂)。

猪去氧胆酸标准对照品(购自美国 Sigma 公司,纯度 > 98%);猪胆膏(3 批均购自江苏省南通市食品公司);所有试剂均为分析纯。

### 二、实验方法

(一)薄层板的制备 取硅胶 G,加入 0.5% CMC-Na 水溶液混匀铺板,室温晾干,105℃活化 30min。

(二)展开剂 正己烷-醋酸乙酯-冰醋酸-正丁醇(15:7.5:2:0.75),展距 8cm。

(三)显色剂 5% 磷钼酸乙醇溶液。显色后于 110℃烘约 5min,至斑点显色清晰。

(四)扫描条件及仪器参数<sup>[3]</sup> 单波长反射式锯齿扫描,测定波长  $\lambda = 680\text{nm}$ , SX = 3,狭缝  $1.25 \times 1.25\text{mm}^2$ ,纸速 20mm/min,灵敏度中。由于猪去氧胆酸斑点分离较好,斑

点显色后为清晰的蓝色,背景几无干扰,故选用单波长扫描即可获满意结果。

(五)供试品和对照品溶液的制备 取猪胆膏研细,过60目筛。取细粉约1g,精密称定,置于索氏提取器中,以乙醚50ml回流提取4h,提取液回收乙醚至干,残留物以石油醚(30~60℃)20ml洗涤,弃去石油醚液,残渣以无水乙醇溶解,定量移至10ml的量瓶中,稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

取猪去氧胆酸对照品约5mg,精密称定,加无水乙醇溶解,定容于10ml量瓶中,作为对照品溶液。

(六)标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液1、2、3、4、5 $\mu$ l点于同一硅胶G薄层板上,展开,显色,测定。以点样量( $\mu$ g)为横坐

标,扫描斑点峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,结果在0.5~2.5 $\mu$ g范围内,呈良好的线性关系。回归方程为: $Y = 1762.6 + 21180.2X$ ,相关系数 $\gamma = 0.9991(n=5)$ 。

(七)精密度试验 在同一块薄层上点6个相同量的对照品溶液1 $\mu$ l,展开,显色后扫描测定不同斑点的吸收峰面积,结果RSD=2.52%(n=6);对同一斑点连续扫描6次,分别测定吸收峰面积,结果RSD=0.57%(n=6)。

(八)加样回收率试验 取已知含量的猪胆膏细粉,精密加入一定量的猪去氧胆酸对照品,依上法制备供试品溶液,点样,展开,显色测定,结果见表1。

表1 加样回收率试验结果(n=5)

序号	供试品含量(mg)	标准品加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	SD	RSD
1	1.321	1.205	2.488	98.4			
2	1.135	1.051	2.138	97.8	99.2	1.402	1.41
3	1.296	1.372	2.665	99.9			
4	1.308	1.702	3.050	101.3			
5	1.846	1.968	3.761	98.6			

(九)稳定性 取供试液5 $\mu$ l点样,展开,显色后每隔30min测定同一斑点的峰面积,结果表明,在显色后7h内峰面积值稳定,RSD=1.43%(n=14)。

### 三、样品测定

精密吸取对照品溶液1 $\mu$ l、3 $\mu$ l。供试品溶液5 $\mu$ l点于同一硅胶G薄层板上,依法测定。3批样品测定结果见表2。

表2 猪胆膏样品测定结果(n=3)

批次	猪去氧胆酸含量(mg/g)	RSD(%)
1	1.35	2.1
2	1.42	2.8
3	1.46	2.5

### 四、小结

(一)实验结果表明,猪胆膏中猪去氧胆酸的含量测定方法可靠,结果稳定,完善了原有的猪胆膏质量标准。

(二)经大量实验证明,本法亦适用于复方制剂中猪去氧胆酸含量的测定,误差较小,值得推广应用。

### 参考文献

- [1]江苏新医学院编. 中药大辞典(下册). 1986:2194
- [2]辽宁省药品标准. 1980:115
- [3]中国药典1995年版. 一部. 附录35