

薄层扫描法测定止痛软胶囊中粉防己碱的含量

中国药品生物制品检定所中药室(北京100050) 倪 龙* 马双成 陈德昌 王宝琴
广州敬修堂(药业)股份有限公司 曾晓英 梁群欢

摘要 用薄层扫描法对止痛软胶囊中粉防己碱进行了含量测定研究,方法简便,结果稳定,重现性好。加样回收率为99.98%。

关键词 止痛软胶囊 粉防己碱 薄层扫描法

止痛水是传统中成药,1990年版《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第二册收载,镇痛、止痛效果很好,但剂型古老,服用不便,现已改制成软胶囊制剂。为控制新剂型的产品质量,采用薄层扫描法对粉防己碱的含量进行了研究。

1 仪器与试药

日本岛津CS-9000型薄层扫描仪,定量毛细管 $2\mu\text{l}$ (美国);硅胶G(薄层层析用),青岛海洋化工厂。粉防己碱对照品,中国药品生物制品检定所;止痛软胶囊,广州敬修堂(药业)股份有限公司提供。

2 实验条件

2.1 薄层层析条件:吸附剂:硅胶G-0.3% CMC-Na(3:1)搅拌均匀后涂布于($10\times 20\text{cm}$)玻璃板上,厚度为0.25mm,室温置干,于 105°C 活化1h后置干燥器内备用。

展开剂:苯-乙酸乙酯-二乙胺(7:2:0.5),展距7cm。

显色剂:稀碘化铋钾试液,喷湿润,上复盖一块同样大小的玻璃板,周围用胶布封好。

2.2 薄层扫描条件:采用反射锯齿扫描法,扫描宽度为10.0mm,线性参数 $S_x=3$,由扫描图确定测定波长 $\lambda_s=505\text{nm}$ 。

3 标准曲线的绘制

取粉防己碱对照品用氯仿制成 0.500mg/ml 的标准溶液。

分别吸取标准溶液1、2、3、4、 $5\mu\text{l}$ 点于硅胶G薄层板上,按实验条件展开,显色、扫描测定。以面积积分值对粉防己碱浓度绘制标准曲线。回归方程: $Y=138184X+844$, $r=0.9997$ ($n=5$),样品浓度在 $0\sim 2.5\mu\text{g}$ 范围内呈现良好线性。

4 稳定性实验

取粉防己碱对照品溶液点样 $2\mu\text{l}$,展开后每隔10min扫描一次,结果在1h内稳定, $CV=0.92\%$ ($n=7$)。

5 精密度实验

同一板上点同一样品,同样点样量,按实验条件测定,结果 $CV=2.6\%$ ($n=6$),精密度尚好。

同一展开后的样品斑点,连续6次扫描测定, $CV=0.99\%$,说明重现性好。

6 样品测定

取止痛软胶囊10粒,精密称定,用剪刀剪开,倾出内容物,并用乙醚洗胶囊,洗净,晾干,称重,前后之差即为10粒内容物重,求出每粒平均内容物重。取内容物1.5g,精密称定,加水50ml混合均匀,转移至分液漏斗中,用石油醚40ml萃取一次,分取水层,用氯仿萃

(下转第268页)

* Address: Ni Long, National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products, Beijing

评价指标,则两者相差不大。十分有趣的是:经原植物茎诱导产生的愈伤组织,其总皂甙的含量大多高于原植物茎的皂甙含量,但均低于原植物叶的含量,说明绞股蓝各器官均有合成皂甙的能力,只是由于分配上的差异,从而造成了原植物不同器官皂甙含量上的差异。

表4 不同产地、不同无性系统绞股蓝愈伤组织生长量和皂甙含量

无性系	GP2-A	GP2-B	GP3-A	GP3-B	GP3-C	GP8-A	GP8-B	GP8-C	GP6
鲜重增长 速率(g/L·d)	2.5697	1.4193	5.5886	15.2467	14.3029	2.9439	2.6111	3.1656	2.0604
皂甙含量 (DW%)	3.27	1.79	1.36	0.76	0.88	1.52	1.80	1.83	1.69
皂甙产量 (mg/L)	147.1353	99.3385	77.4631	146.5355	168.4496	130.2789	131.4031	157.2485	82.4823

3 小结

- 3.1 绞股蓝原植物总皂甙的质量和数量因产地、生育期和器官的不同有所差异。
- 3.2 绞股蓝原植物的最适采收时期为盛叶期,此期总皂甙含量最高。
- 3.3 不同产地的绞股蓝中所含总皂甙的量有较大差异,有的品种甚至根本不含有总皂甙,该种是否存在“化学宗”,有待进一步研究。
- 3.4 通过诱导和培养所获得的绞股蓝愈伤组织,均具有母本所具有的合成总皂甙的能力,只是在程度上有所差异。

致谢:药材品种经本院徐志杰副教授鉴定;汪国宝老师协助含量测定。

参 考 文 献

1 周和平.药学通报,1988,23(12):72

2 丁树刊,等.国外医药·植物药分册,1991.6(3):99

3 何心范.中草药,1987,18(10):15

4 罗光明,等.中药材,1993,16(7):5

(1993-06-22收稿)

(上接第245页)

取5次,每次30ml,合并氯仿层,水浴蒸干,残留物用氯仿溶解,定容于10ml容量瓶中,并用氯仿稀释至刻度,作为供试品溶液。在薄层板上点样4μl和对照液2μl,展开,显色,扫描测定,以外标一点法定量,见表。

7 加样回收实验

取内容物0.8g,精密称定,准确加入一定量的粉防己碱对照品,按样品测定法测定计算结果,平均回收率99.98%,CV=1.89%(n=6)。

8 结果

8.1 本法测定止痛软胶囊中粉防己碱含量,结果稳定,操作方便,准确,重现性好,加样回收率为99.98%,CV=1.89%(n=6)。

8.2 薄层板展开后放置的时间和显色剂的用量均影响测出的面积积分值,经试验认为薄层板展开后放置约10min即显色,显色剂以喷湿润为宜,上覆盖一块同样大小的玻璃板,周围用胶布封好。

(1993-03-09收稿)

Wang Qiang, Yang Xianrong and Chen Jinquan

Three species of borneol from different origins, namely Borneol Camphor (extracted from *Dryobalanops aromatica* Gaerth. f.), Balsamiferous Blumea Borneol (extracted from *Blumea balsamifera* DC.) and synthetic borneol, were studied by macroscopic and microscopic identification and GC method. Their differences were revealed. The amount of borneol and isoborneol in the samples were determined.

(Original article on page 241)

Quantitative Determination of Tetrandrine in "Zhitong Ruanjiaonang" —An Analgesic Soft Gelatine Capsule Preparation

Ni Long, Zeng Xiaoying, et al

A method for the quantitative determination of tetrandrine in "Zhitong Ruanjiaonang" was developed by means of TLC densitometry. The method is easy, rapid, accurate, and reproducible. The average recovery was 99.98%.

(Original article on page 245)

Effect of "Gusuibu" on Healing of Experimental Rat Bone-Injury

Zhou Tongshui, Liu Xiaodong and Zhou Ronghan

Fracture healing activity of aqueous extracts of rhizome of *Drynaria fortunei* (Kunze) J. Sm., *D. sinica* Diels ("Gusuibu"), and its main constituent naringin were examined and confirmed with an experimental bone-injury model rat femur inferior. Results showed that they were effective for healing of experimental rat bone-injury.

(Original article on page 249)

Effects of Fatty Oil of Acute Common Perilla (*Perilla frutescens*) on the Learning and Memory of Mice

Zhou Dan, Han Daqing, and Wang Yongqi

Different doses of fatty oil of *Perilla frutescens* var. *arguta* (Benth.) Hand. -Mazz. (ig) to mice for 15 days can decrease errors in step-down test, improve percentage of accuracy and shorten the time to reach their goal in water maze experiments. It also facilitate the synthesis of RNA, DNA and proteins in brain and regulates the level of monoamine-like neurotransmitters. The above results indicated that fatty oil of *P. frutescens* var. *arguta* can improve learning and memory in mice related to the synthesis of RNA, DNA, proteins and neurotransmitters in brain.

(Original article on page 251)