

骨刺劳损膏中阿托品含量的双波长薄层扫描法测定

天津同仁堂制药厂(300132) 邵世宏* 徐路青** 李永仓 葛万霞

摘要 采用氯仿洗脱膏层,用萃取法提取橡皮膏中阿托品,薄层展开后扫描测定其含量,方法快速简便,灵敏度高,测定结果可靠。平均回收率为100.57%,变异系数3.88%。

关键词 骨刺劳损膏 阿托品 薄层扫描法 含量测定

骨刺劳损膏是天津同仁堂制药厂最新开发研制的复方中药橡皮膏制剂,具有活血消肿,祛风止痛的作用,用于治疗骨质增生、肌肉劳损、脊椎炎、关节炎等风寒外伤引起的疼痛。方中含有颠茄流浸膏,其主要成分阿托品具有镇痛解痉的作用。为保证疗效,提高产品质量,用薄层扫描法测定了阿托品的含量。

1 样品溶液的制备

取 $6.5 \times 5\text{cm}^2$ 的橡皮膏10张,以氯仿180ml分5次(60、40、30、30、20ml)洗脱膏层,洗脱液置于分液漏斗中,渣用5% H_2SO_4 60ml洗3次(30、20、10ml),合并至分液漏斗中,渣弃去。洗脱液用5% H_2SO_4 90ml分5次萃取,合并萃取液置另一分液漏斗中,再以50ml氯仿分2次(30、20ml)萃取酸液,弃去氯仿液。用氨水将酸液调至弱碱性($\text{pH}8\sim 9$),再用氯仿90ml分4次(40、30、20、10ml)萃取,合并氯仿液,水浴挥干氯仿,用乙醇定容于5ml容量瓶中。

2 标准溶液的制备

精密称取硫酸阿托品对照品(中国药品生物制品检定所)50.00mg,置于25ml容量瓶中,用乙醇溶解并加至刻度,摇匀,即得。

3 扫描条件

岛津CS-930双波长薄层扫描仪。双波长反射法锯齿扫描。 λ_S : 540nm, λ_R : 650nm。狭缝 $1.2 \times 1.2\text{mm}$, $S_x = 7$, 灵敏度: 中。

4 线性化范围实验

将对照品液稀释一倍后,用微量进样器吸取该液0.5、1、1.5、2、3 μl ,分别点于同一块高效硅胶G板(青岛海洋化工厂)上,置于层析缸中,以氯仿-丙酮-甲醇-氨水(70:10:15:1)为展开剂,饱和10min后上行展开10cm,取出挥干展开剂,以改良碘化铋钾溶液显色,显色后立即覆以同样大小的清洁玻璃板,并以透明胶带固定四周,置薄层扫描仪中扫描。以对照品点样量(微升数)和扫描面积值作图,得硫酸阿托品的标准曲线。求得回归方程为: $A = -0.140 + 2.464C$ 。

5 样品的含量测定

在同一高效硅胶G板上,用微量进样器点标准液0.5 μl ,样品液5 μl ,相互间隔2cm。置于层析缸中,以上述展开剂展开、扫描、测定。计算每片橡皮膏中阿托品含量。见表。

6 加样回收试验

取骨刺劳损膏2片,准确加入0.5ml硫酸阿托品标准液(2mg/ml),按“样品液的制备”项下操作,然后按“样品液的含量测定”项下操作。测得量减去成药中含阿托品的量,

* Address, Shao Shihong, Tianjin Tongrentang Pharmaceutical Factory, Tianjin

** 天津同仁堂制药厂

与加入量计算回收率。结果回收率为101.2%，
CV = 3.88% (n = 3)。

7 讨论

7.1 由于中药橡皮膏多系大复方，含药量少，基质组成复杂，且基质与其它成分对指标性成分的测定会产生干扰，过去很少进行

指标性成分的定量检测，故有关报道资料少。本实验采用萃取法提取硫酸阿托品，是经过多次反复的摸索和试验总结出的一种较为合适的方法。经过反复处理，排除了层析过程中因基质和其它成分产生的干扰。该法简便快速，回收率稳定，便于制剂工艺考察和质量控制。

7.2 在层析过程中，展开剂中氨的使用量对样品分离影响很大。样品中阿托品是以游离状态存在的，展开剂中氨量过少时，碱性弱不足以克服硅胶的酸性，使斑点拖尾严重，若氨量过大，则容易使斑点随溶剂推向前沿，分离效果差。经反复摸索，对于高效硅胶G板，以展开剂氯仿-丙酮-甲醇-氨(70:10:15:1)分离效果最佳。由于氨极易挥发，因而展开剂必须随用随配。

7.3 阿托品经显色后，斑点在空气中不稳定，加盖玻璃板密封，4h内斑点颜色一直稳定。
(1994-02-01 收稿)

(上接第356页)

表3 样品含量测定结果 (n=3)

样 品	补骨脂		白蚀丸		白 癜 风		补骨脂酊	
	补骨脂素	异补骨脂素	补骨脂素	异补骨脂素	补骨脂素	异补骨脂素	补骨脂素	异补骨脂素
X (μg)	0.4074	0.4071	0.1520	0.1758	0.02792	0.02824	0.3472	0.3433
百分含量 (%)	0.6790	0.6783	0.2538	0.2923	0.1160	0.1174	0.1736	0.1717
CV (%)	3.3	1.5	2.8	1.3	0.63	3.1	2.07	2.14

6 讨论

6.1 采用高效液相色谱法测定中成药中2成分含量，具有样品预处理简单、出峰时间短、灵敏、准确等优点。

6.2 文献报道^[2]用苯作为补骨脂的提取溶剂，但在本文所采用的色谱条件下，苯在16min左右出峰，延长了分析时间，另外提取效果不如甲醇，不宜采用。我们选用了甲醇作为提取溶剂，效果较好，且甲醇提取液的色谱图亦较为简单。

6.3 本实验中采用超声振荡提取较其它提取方法有提取完全，快速，简便等优点。

6.4 在以流动相作介质时，补骨脂素和异补骨脂素最大紫外吸收波长均为245nm，为增加检出灵敏度，故选用245nm为检测波长。

6.5 取补骨脂2个浓度的标准液连续进样6次，测得日内变异系数补骨脂素小于1.5%，异补骨脂素小于1.6%。在低温冰箱(-18°C)中保存2d后，连续进样6次，测得日间变异系数补骨脂素小于1.8%，异补骨脂素小于2.0%，表明本法测定补骨脂素的含量重现性好，稳定性高，能满足分析的需要。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院编. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海人民出版社, 1977. 1177
- 2 黄新生, 等. 中药通报, 1987, 12(1): 26
- 3 吴 焕. 中草药通讯, 1978, (10): 32

(1993-08-07收稿)