

大孔树脂预分离—薄层光密度法测定 消炎灵软胶囊中芍药甙的含量

天津市药品检验所(300070) 寿国香* 吕归宝

摘 要 采用大孔树脂 GDX₁₀₄ 预分离, 结合 TLC 双波长扫描法, 测定了消炎灵软胶囊中芍药甙的含量。经对样品测定及稳定性、加样回收率考查, 该方法准确、稳定, 结果可靠。

关键词 消炎灵软胶囊 大孔树脂 芍药甙 薄层光密度法

采用大孔树脂预分离结合扫描法测定复方中药片剂中芍药甙的含量, 寿国香, 等. 中草药, 1994, 25(11): 573 已报道。消炎灵由赤芍、金银花等多味中药组成, 成分复杂, 特别是为了制成软胶囊剂, 加入了大量分散剂聚乙二醇-400, 给芍药甙的分析造成一定的困难。样品经甲醇提取浓缩后仍含有大量聚乙二醇, 至使样品用少量甲醇溶解后粘稠度极大, 不能精确点样, 如果加大甲醇的用量, 虽可使样品溶液粘稠度降低, 但薄层光密度法要求被测物质在溶液中有较高的浓度, 因此除去样品中的大量聚乙二醇, 是检测该制剂中有效成分的前提条件。我们采用大孔树脂预分离, 以除去样品中大量的聚乙二醇和大部分水溶性杂质和部分脂溶性杂质, 从而使样品液净化。

1 实验条件及方法

1.1 仪器与试药: 岛津 CS-9000 双波长飞点扫描仪; 对照品: 芍药甙(中国药品生物制品检定所); 定量毛细管(CAMAG); 硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂); 大孔树脂 GDX₁₀₄(天津市试剂二厂); 消炎灵软胶囊(天津市中央制药二厂); 其它试剂均为分析纯。

1.2 薄层层析条件: 薄层制备: 硅胶 GF₂₅₄ 加 0.5 羟甲基纤维素钠湿法制板, 105℃ 活化 1 h, 板厚 0.3 mm。开展剂: 氯仿-甲醇-醋酸乙

酯-氯水(50:20:10:2.5), 展距 8.5 cm。

1.3 扫描条件: a) 扫描波长的选择: 将芍药甙配成一定浓度的溶液, 点样, 展开, 晾干后用扫描仪对芍药甙斑点从 200~370 nm 扫描, 得一吸收曲线, 芍药甙的最大吸收波长为 227 nm, 最小吸收波长为 260 nm, 故选用波长为 $\lambda_s=227\text{ nm}$, $\lambda_R=260\text{ nm}$ 。b) 扫描方式: 双波长, 反射法, 锯齿扫描, 零点方式: start, $S_x=3$, 扫描宽度 10 mm, $\Delta Y=0.20$ 。

稳定性: 芍药甙经点样展开后取出晾干, 在室温下每隔 1 h 测定一次, 在 4 h 内峰面积积分值未见明显变化。RSD=2.0%。

精密度: 同一斑点按拟定的方法连续扫描 5 次, 测得峰面积积分值, 计算 RSD=0.73%; 在同一薄层板上点 5 个同样量的斑点, 按拟定的方法展开后, 扫描, 测得对照品峰面积积分值, 计算 RSD=1.04%。

1.4 含量测定方法

1.4.1 对照品溶液的制备及标准曲线的绘制: 取 80℃ 干燥至恒重的芍药甙对照品, 加甲醇溶液(90→100)制成 0.8 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。分别以 2、4、6、8、10 μL 点于同一薄层板上, 展开, 取出, 晾干, 扫描测定, 以峰面积积分值为纵座标, 点样量为横座标, 求得回归方程 $Y=-4439.6+35179.9X$, 相关系数 $r=0.9996$, 结果表明: 芍药甙在

* Address: Shou Guoxiang, Tianjin Institute for Drug Control, Tianjin

1.6~8.0 μg 范围内呈线性关系。

1.4.2 样品溶液的制备:取本品内容物 2.5 g 于 250 mL 容量瓶中,精密称定,加水 200 mL 超声处理 10 min,放冷,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密另取续滤液 50 mL,加入一预先装好的大孔树脂 GDX₁₀₄ 小柱(80~100 目,2 g,内径 8 mm,用 50%乙醇溶液湿法装柱,水洗至无醇味)顶部,洗脱后再加 25 mL 水洗脱,水洗液弃去。继续加入乙醇溶液(30→100)50 mL,收集洗脱液,水浴蒸干,残渣加甲醇溶液(90→100)溶解,移入 5 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,作为样品溶液。

1.4.3 测定:取样品溶液和对照品溶液各 6 μL ,分别点于同一薄层板上,展开,取出,晾干,于紫外灯 254 nm 下定位,进行扫描,由测定的峰面积积分值计算出软胶囊中芍药甙的含量。结果见表 1。

表 1 3 批样品含量测定数据

批号	每份样品含量 mg/g(n=3)						平均 $\bar{x}$	RSD %
1	7.50	7.22	7.12	7.68	7.70	7.19	7.40	3.49
2	7.46	7.96	7.66	7.56	7.40	7.64	7.61	2.59
3	7.25	7.28	7.30	7.65	7.71	7.77	7.49	3.21

1.4.4 回收率试验:本品以第 1 批样品作回

收率试验,1 g 样品中芍药甙的含量以 7.40 mg 计。精密称取样品 2.5 g 于 500 mL 容量瓶中,加入芍药甙 20.10 mg,并加水至刻度,摇匀,以下操作同样品溶液制备。每 50 mL 样品溶液中加入芍药甙的量为 2.01 mg。测定结果,回收率为 98.9%,RSD=1.82%(n=6)。

2 小结

2.1 软胶囊剂在制备过程中经常采用聚乙二醇 400 作为分散剂。而聚乙二醇 400 既溶于水,也溶于多种有机溶媒,采用液液萃取法难以除去聚乙二醇 400 的干扰。我们采用大孔树脂吸附剂有效地除去了大量聚乙二醇,保留了其中被测定的活性成分芍药甙。该方法是除去软胶囊剂中大量分散剂聚乙二醇的行之有效的办法。

2.2 本品经采用 10%,20%,30%,50%,95%,浓度的乙醇梯度洗脱,结合薄层色谱检测,发现 10%~30%乙醇洗脱液中均含有芍药甙,而 50%以上洗脱液中未检出芍药甙,故用水洗脱,除去聚乙二醇 400 及部分水溶性杂质后,直接采用 30%的乙醇溶液,即可将小柱上的芍药甙全部洗脱。

(1996-11-18 收稿)

Quantitative Determination of Paeonin in

“Xiaoyanling Soft Capsule”by Macroporous Resin — TLC Densitometry

Shou Guoxiang and Lu Guibao

A method for the quantitative determination of paeonin in “Xiaoyanling soft capsule”was developed by seperating paeonin first from the capsule with macroporous resin GDX₁₀₄ and then followed by double wavelength TLC densitometric scanning. Through sample scanning, stability investigation and recovery tests, it was found that the suggested method was precise and accurate, and the results of determination reliable.

《全国中草药汇编》(修订版)等已经出版

本书由谢宗万主编,共 3 册(两册文字,一册中草药彩色照片图集,共 1000 余张),收载中草药 4000 余种,并附墨线图 3000 幅,每种中草药均按序号,正名,别名,来源,形态特征(或药材性状),生境分布,栽培(或饲养)要点,采集加工,炮制,化学成分,药理作用,性味功能,主治用法,附方,制剂及附注等项顺序编写,书后有中文索引,拉丁学名索引等。(修订版)对品种学名,化学成分,药理作用和附注作了重点修改,文献资料截止到 1993 年 7 月,反映了 90 年代先进水平,邮购价 532 元。另有《中国药材学》(徐国钧主编),邮购价 552 元;《中药辞海》(4 册 4 万条目),邮购价 1 100 元。邮购地址:北京百万庄路 24 号中国日报社北京书刊发行部 张继霞收,邮编:100037,开户行:招商银行展览路办事处,帐号:0912036610001,户名:中国日报社北京书刊发行部,电话:(010)68326644-2123。