

伐他汀的含量,操作方便、结果准确、重现性好,可作为血脂平胶囊质量的检测控制方法。

参 考 文 献

1 Endo A, et al. J Antibiotics, 1979, 32: 852

2 班允东, 等. 药学报, 1989, 24(11): 841

(1997-03-04 收稿)

Determination of Lovastatin in Xuezhiping Capsule by TLC-scanning

Song Hongtao, Guo Tao, Mi Heming, et al

TLC-scanning was used to determine the content of lovastatin in Xuezhiping capsule. Experimental results showed that the standard curve is linear in the detection range. The correlation coefficient is 0.9997, average recovery 98.1% and relative standard deviation 2.25% ($n=5$). The method can be applied to determine lovastatin in Xuezhiping capsule.

薄层扫描测定母乳灵冲剂中马兜铃酸的含量

山东省中医药研究所(济南 250014) 张贞丽* 李宝国 韩 莉

摘 要 采用薄层扫描法对母乳灵冲剂中马兜铃酸进行定量分析。结果表明,方法准确,重现性好,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 母乳灵冲剂 马兜铃酸 薄层扫描法

母乳灵冲剂为名老中医经验方,使用几十年,临床疗效确切,现正研制成中药三类新药。该方由王不留行、关木通、漏芦等九味药组成,具有活血通乳之功效,用于产后缺乳或少乳等。关木通为该方的君药,马兜铃酸为关木通的主要成分之一。现以马兜铃酸为指标进行了定量分析,方法准确可靠,结果满意。

1 仪器与试剂

CS-920 型薄层扫描仪(日本岛津), PBQ-Ⅱ型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂),定量毛细管(进口),马兜铃酸对照品(中国药品生物制品检定所),硅胶 G(青岛海洋化工厂),母乳灵冲剂(自制,所用中药材购自济南建联中药店),试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层层析条件:薄层板制备:取硅胶 G,

加 3 倍量 0.3% 的 CMC-Na 水溶液,搅拌均匀,用自动铺板器制成 0.3 mm 厚度的薄层板,室温晾干后,于 105℃ 活化 0.5 h,置干燥器中保存备用。

展开剂:苯-甲醇-冰醋酸(17:1:0.5),上行展开,展距 14cm,自然光下检视,薄层图谱见图 1。

2.2 扫描条件:反射锯齿形扫描, $\lambda_s = 318$ nm, $S_x = 3$, 狭缝 1.2 mm × 1.2 mm, $X = 12$ mm, $Y = 15$ mm。

3 方法及结果

3.1 对照品溶液的制备:精密称取马兜铃酸对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1.0 mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备:精密吸取马兜铃酸对照品溶液 1、2、3、4、5 μ L,分别点于同一硅胶

* Address: Zhang Zhenli, Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine, Jinan

张贞丽 1966 年毕业于北京医科大学药学院,研究员,主要从事矿物药及中药新药的研究工作。在矿物药领域研究中已取得三项成果,一项 1992 年获山东省医学科技进步三等奖;一项 1995 年获山东省科技进步三等奖;一项 1996 年获山东省科技进步二等奖;另外一项 1996 年鉴定为国内领先水平,以上四项均为首位。主持中药三类新药研究工作一项,正申请 I 期临床研究。参加中药三类新药研究工作四项,均主持药学部分的研究工作。

G 薄层板上,以上述条件展开、检视、进行扫描测定。以点样量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程 $Y=2221.98X-20.5714$,相关系数 $r=0.9998$ 。

3.3 样品溶液的制备:精密称取母乳灵冲剂约 12 g,加无水乙醇 120 mL,置水浴上回流提取至溶媒近无色,提取液浓缩至近干,残渣

加水 50 mL,加热使溶解,移至分液漏斗中,以乙醚提取 5 次,每次 15 mL,含并提取液,用 2%NaCO₃ 水溶液提取 5 次,每次 15 mL,合并碱液,加盐酸调 pH 值至 2~3,继用乙醚提取 5 次,每次

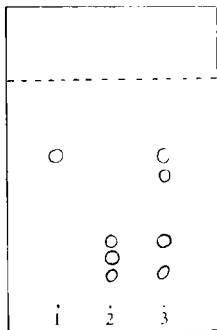


图 1 马兜铃酸薄层鉴别

15 mL,合并提取液,用水 10 mL 洗涤 1 次,提取液蒸干,残渣加甲醇溶解并稀释至 1 mL,摇匀,作样品溶液。

3.4 样品测定:吸取样品溶液 8 μ L,对照品溶液 3 μ L,分别点于同一薄层板上,按上述条件展开,检视,进行扫描测定,计算样品中马兜铃酸的含量,结果见表 1。

表 1 样品中的马兜铃酸的含量

批 号	含量(mg/g, $\bar{x}$, $n=5$)	RSD(%)
950701	0.0262	2.07
950705	0.0252	1.95
950706	0.0271	2.68

3.5 加样回收试验:精密称取已知含量的母乳灵冲剂 6 g,加入马兜铃酸对照品适量,按

上述方法测定,计算回收率。其平均回收率 98.56%,变异系数 RSD=2.11%($n=5$)。

3.6 稳定性试验:吸取供试品溶液点于薄层板上,按上述条件展开、检视,每隔 30 min 测定一次,结果表明,在 2.5 h 内斑点峰面积积分值基本稳定,其变异系数 RSD=1.19%。

3.7 精密度测定:吸取样品溶液相同量,分别点于同一块薄层板上 5 个点,展开,检视,测定,计算变异系数 RSD=1.95%。吸取样品溶液相同量,分别点于 5 块薄层板上,展开,检视,测定,计算变异系数 RSD=2.77%。

4 小结与讨论

4.1 有文献报道在 pH2~3,用乙酸乙酯提取,采用薄层-紫外法测定关木通中马兜铃酸的含量,笔者曾进行重复,但由于复方制剂中成分复杂,干扰很大,未能得到满意结果。本法采用极性较大的溶剂尽可能多的将马兜铃酸从样品中提取出来,然后根据其性质进行提取,将脂溶性、水溶性杂质除去,使马兜铃酸斑点周围无杂质斑点干扰,便于进行扫描测定。

4.2 本实验方法经稳定性、精密度、加样回收等方法学考察并经三批样品测定,表明结果准确、重现性好,故本法可作为该制剂质量控制方法之一。

参 考 文 献

- 1 国家医药管理局中草药情报中心站编.植物药有效成分手册.北京:人民卫生出版社,1986.78
- 2 徐礼桑,等.中草药有效成分分析.北京:人民卫生出版社,1984.129

(1997-08-18 收稿)

《中药材》杂志订阅单

《中药材》杂志是经国家科委和新闻出版署批准出版的国内外发行的国家级中药科技学术刊物。由国家医药管理局主管,国家医药管理局中药材信息中心站主办。主要报道中药材的种(养)技术,资源开发和利用,药材的加工炮制与养护、鉴别、成分、药理、剂型、用药、考证、动态与信息。为“中国自然科学核心期刊”。

1997 年起改为本刊发行部发行,单价:6 元,月刊,全年(12 期)订价 72 元。邮局或银行直接汇款至:《中药材》编辑部。地址:广州东山竹丝岗四马路 2 号 邮政编码:510080 电话:(020)87665465 87608565 开户银行:交通银行广州分行东山支行 帐号:169-0149087003。