

薄层扫描法测定真心平胶囊中延胡索乙素含量

天津市药品检验所(300070) 王 杰* 李 建 吕归宝

摘 要 采用硅胶 G 薄层层析对含有延胡索、丹参等 7 味药材的制剂中延胡索乙素进行分离分析,得到分离度高、背景干扰小的薄层层析图谱。建立了含量测定的方法,平均回收率为 100.58%,RSD 为 2.3%($n=5$)。

关键词 真心平胶囊 延胡索乙素 薄层色谱法

真心平胶囊由延胡索、丹参、栝楼等中药组成。延胡索为主药,其主要成分为延胡索乙素,该制剂质量标准研究中选择了延胡索乙素为含量测定成分。本方法采用氨水碱化后直接乙醚提取,利用硅胶 G 薄层层析对样品进行分离分析,建立了真心平胶囊中延胡索乙素含量测定方法

1 实验部分

1.1 仪器与试剂:岛津 CS-9000 型薄层扫描仪,定量毛细管(CAMAG 公司);延胡索乙素对照品(中国药品生物制品检定所);真心平胶囊由天津万通药业有限公司提供;试剂均为分析纯。

1.2 供试液的制备:取真心平胶囊内容物 10 g 精密称定,置 250 mL 棕色锥形瓶中,加入浓氨水 40 mL,摇匀,超声提取 20 min,精密加入乙醚 100 mL,精密称定重量,超声提取 2 h,放至室温,精密称定重量,用乙醚补足重量。摇匀,倾出上清液,精密吸取 50 mL,减压浓缩至干。用氯仿转入 5 mL 容量瓶中,加氯仿至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

1.3 对照品溶液的制备:精密称取延胡索乙素对照品,用氯仿溶液使成 1 mg/mL 溶液,作为对照品溶液。

1.4 薄层层析及扫描:分别定量吸取供试品溶液 10 μ L,对照品溶液 2、4 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶 G 薄层板上,以苯-丙酮(8:2)为展开剂上行展开,展距 10 cm,取出,晾干,喷以改良碘化铋钾试液,用冷风吹干,双波长锯齿扫描,测定波长 500 nm,参比波长 570 nm,狭缝 1.0 mm $\times$ 1.0 mm, $S_x=3$,灵敏度 $\times 1$,按外标两点法计算得供试品液中延胡索乙素含量。

2 结果

2.1 提取方法的选择:据文献报道延胡索乙素溶于乙醚和氯仿,提取前先用浓氨水进行碱化,使延胡索乙素游离,然后用乙醚提取。

2.2 提取时间的考察:选用同一批号样品,分别进行 1.5、2、2.5、3 h 超声处理,点在同一板上,测定延胡索乙素的含量,结果见表 1。

表 1 提取时间的考察

时间(h)	1.5	2	2.5	3
含量(mg/g)	0.17	0.22	0.22	0.18

测定数据表明,选定提取时间为 2 h。

2.3 碱化方法的选择:开始选用浓氨水 20 mL 碱化,但在实验中发现,加浓氨水后样品很快成膏状,加入乙醚提取时,膏体不能充分

* Address: Wang Jie, Tianjin Municipal Institute for Drug Control, Tianjin

王 杰 1984 年毕业于沈阳药科大学药学系,理学学士,主管药师,主要从事新药审批、药品检验,以及各级标准的起草,主要论文《厚朴中季胺碱的研究》[日本 Natural Medicines, 1996, 50(6): 413],《气相色谱法测定开元活血贴中樟脑、冰片的含量》[中药新药与临床药理, 1998, 9(2)]等。

分散,膏体内的成分不能提取完全,而加入40 mL 浓氨水后,样品成流体,经充分振摇后能充分将样品分散,乙醚能充分提取。因此选定加浓氨水 40 mL。

2.4 扫描波长:经过对延胡索乙素进行全波长扫描,在 500 nm 处有最大吸收,参比波长选在 570 nm 最为合适。

2.5 标准曲线的绘制:本品 1 mg/mL 的延胡索乙素氯仿液作为对照品溶液,定量吸取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,取出,晾干,喷以改良碘化铋钾试液,扫描测定,以浓度为横坐标,斑点面积积分值为纵坐标绘制曲线。延胡索乙素在 1.0~5.0 μ g 之间呈良好线性关系,回归方程为: $Y=84\ 566.46X+72\ 613.11$, $r=0.9975$ 。

2.6 空白实验:取延胡索阴性样品,提取方法同供试品溶液处理、提取、扫描,空白样品在与对照品 Rf 值相应位置上没有斑点,不影响含量测定,所以此方法对延胡索乙素专属性强。

2.7 稳定性实验:将显色后的薄层板进行扫描,然后在 1、2 h 后进行测定,结果积分面积

值在 2 h 内基本稳定。扫描时间可在 2 h 内进行。

2.8 精密度实验

2.8.1 仪器精密度:对同一斑点连续测定 5 次, $RSD=1.3\%$,表明仪器精密度较高。

2.8.2 同板精密度:将样品分别点于同一薄层板上进行扫描测定, $RSD=2.2\%$,表明同板精密度符合规定。

2.8.3 异板精密度实验:对同一样品用不同的板进行测定,计算含量,结果 $RSD=4.5\%$ 。表明异板精密度结果符合规定。

2.9 重现性实验:对同一批号样品分别测定 5 次,结果 $RSD=3.9\%$ 。表明该方法重现性较好。

2.10 回收率实验:取样品 10 g,精密称定,精密加入 2 mL 对照品溶液(1.05 mg/mL),按供试品溶液的制备方法操作,制成供试品溶液,进行测定。同时对样品进行含量测定,计算回收率,平均为 100.6%, $RSD=2.3\%$ ($n=5$)。

2.11 样品分析:按照制定的方法对 10 批样品进行测定,结果见表 2。

表 2 样品测定结果

批号	9509004	9507004	9507003	9507002	9507001	9505001	9503001	9509001	9509002	9509003
含量(mg/g)	0.223	0.072	0.045	0.148	0.133	0.117	0.166	0.333	0.365	0.376

3 讨论

3.1 10 批样品测定结果有高有低,这可能与选用的不同药材有关。因此,必须制定延胡索药材中延胡索乙素的含量测定方法及限度,在药品生产投产前,应对药材进行含量测

定,严格控制药材的质量。

3.2 加氨水碱化时应充分振摇,混匀,充分碱化后,再进行提取。

(1998-12-30 收稿)

本刊加入 ChinaInfo 信息服务系统

为了实现科技期刊编辑、出版发行工作的电子化,推进科技信息交流的网络化进程,经研究决定,本刊入网 ChinaInfo(中国信息)网络资源系统(电子期刊),所以,向本刊投稿并录用的稿件文章,将一律由编辑部统一纳入 ChinaInfo 信息服务系统,进入因特网提供信息服务。凡有不同意见将自己稿件纳入因特网传送交流的作者,请来函声明。本刊所付稿酬已含刊物内容上网服务报酬,故不再另付。

网址:<http://www.ChinaInfo.gov.cn/periodical>

《中草药》杂志编辑部