

薄层扫描法测定还春补力片中蛇床子素的含量

冯 盛,李惠霞⁽²⁰⁾

(广州中药一厂,广东 广州 510140)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)09-0803-02

还春补力片是由人参、蛇床子、玉竹等十味中药制成的片剂,具有补肾壮阳,益气养血之功效。其中蛇床子中所含的蛇床子素为其主要活性成分^[1],采用薄层扫描法对蛇床子素的含量进行测定。经方法学验证,方法简便、重现性好、稳定可靠。

1 仪器与试药

仪器:岛津 CS-930薄层扫描仪(日本)。试药:蛇床子素对照品(供含量测定用)由中国药品生物制品检定所提供;还春补力片由广州中药一厂生产;其他试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 提取条件的选择:以中国药典^[2]中蛇床子药材含量测定方法为基础进行筛选,用氯仿索氏提取 8 h 为最佳提取条件。

2.2 薄层色谱及薄层扫描条件:吸附剂:Merck 硅胶 G₆₀薄层板(20 cm×10 cm);展开剂:苯-乙酸乙酯(30:1);显色:于紫外光灯 365 nm 下检视。采用双波长反射扫描法, $\lambda_{\text{S}}=325\text{ nm}$, $\lambda_{\text{R}}=271\text{ nm}$ 。

2.3 对照品溶液的制备:精密称取蛇床子素对照品,用无水乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备:取还春补力片 20 片,除去糖衣,研细,精密称取 10 片的重量(约 3 g),置索氏提取器中,加入氯仿 9 mL,加热回流 8 h,取出,回收氯仿至干,残渣加入无水乙醇适量,定量移至 5 mL 量瓶中,并用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.5 线性关系试验:定量吸取对照品溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 μL 分别点于同一硅胶 G₆₀薄层板上,以上述展开剂展开,取出,晾干,置薄层扫描仪中测定。以蛇床子素含量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $Y=94.006X+55.812$, $r=0.998$ 。结果表明蛇床子素在 0.5~5.0 μg 范围内呈现良好线性关系。

2.6 稳定性试验:定量吸取对照品溶液(3.348

mg/mL) 3.0 μL ,以上述展开剂展开,取出,晾干;然后每隔半小时测定一次峰面积积分值,结果表明 3 h 内斑点峰面积积分值基本稳定, $RSD=0.9\%$ 。

2.7 精密度实验:吸取 6 个浓度为 3.348 mg/mL 的对照品溶液,分别点于同一硅胶 G₆₀薄层板上,点样量为 3.0 μL ,依上法展开,测定其峰面积积分值, $RSD=1.1\%$ 。

2.8 重复性试验:取同一批号样品 5 份,精密称定,依法测定,得蛇床子素平均含量为 1.53 mg/g, RSD 为 2.4%。

2.9 加样回收率试验:精密称取一定量的蛇床子素对照品,加到已知含量的样品中,按上述方法制备供试品溶液,依法测定,得平均回收率为 99.0% ($n=5$), RSD 为 2.2%。

2.10 空白试验:取缺蛇床子药材的空白样品,按样品测定方法进行测定,证明其他成分对蛇床子素的测定无干扰(见图 1)。



1 2 3 4 5 6 7 8
1~4 还春补力片 5~6 空白样品 7~8 蛇床子素对照品

图 1 蛇床子测定薄层色谱图

2.11 样品含量测定:分别精密吸取对照品溶液 1, 3 μL ,供试品溶液 2 μL ,分别点于同一硅胶 G₆₀薄层板上,依法测定 3 批样品,结果分别为 0.51, 0.52, 0.48 mg/g。

3 讨论

(20) 收稿日期: 2001-04-20

3.1 提取溶媒,以氯仿的提取效果较佳;提取方法,以索氏提取效果较佳;提取时间,回流 8 h可取得较高的收得率

3.2 曾试用中国药典^[2]荧光扫描法,但结果色谱峰图基线噪声很大,改用紫外光区对蛇床子素进行光谱扫描,所得光谱图最大吸收峰和谷底吸收峰分别为 $\lambda_s = 325\text{ nm}$ 和 $\lambda_R = 271\text{ nm}$,且基线噪声较小。同时两

种扫描法所获的回归方程相关系数为: 荧光扫描法 $r = 0.994$,紫外双波长反射扫描法 $r = 0.998$,考虑以上两个因素,最后选取紫外反射双波长扫描法

参考文献:

[1] 孙丰年. 中药辞海 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1997.

[2] 中国药典 [S]. 一部. 2000.

抗病毒口服液 中连翘苷的含量测定

张庆伟¹,王润岭¹,李惠芬¹,李军燕²
(1. 天津医科大学,天津 300203 2 中国中医研究院,北京 100070)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)09-0804-02

抗病毒口服液临床上用于治疗病毒性感冒,疗效确切,应用广泛。作为其中主要成份的连翘是处方中的主药,其所含连翘苷的含量的 高低,直接影响着抗病毒口服液的疗效。为此,本文采用 HPLC法测定抗病毒口服液中连翘苷的含量,监控其质量,获得满意结果

1 仪器于试药

仪器: Waters 高效液相色谱仪,含 515 溶剂输送泵,2487 型紫外检测器,Anastar 色谱工作站。

试药: 抗病毒口服液 (天津飞鹰制药有限公司提供),连翘苷对照品 (中国药品生物制品检定所提供),乙腈、甲醇均为色谱纯;大孔树脂 (D101,南开大学高分子所提供)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil C₁₈ 柱 (4.6 mm×200 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (30: 70), 流速: 1.0 mL/min, 检测波长: 277 nm; 柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$, 进样量: 20 μL 。

2.2 标准曲线制备: 精密称取连翘苷对照品 (于 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h) 5 mg 置 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,作为对照溶液。精密量取该溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL 分别置 25 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度。分别进样 20 μL ,得色谱图,计算连翘苷回归方程: $C = 7.126 \times 10^{-6}A + 0.207, r = 0.9999$,连翘苷在 2.0~16.0 $\mu\text{g/mL}$ 范围内呈线性。

2.3 阴性溶液的制备: 同样品溶液方法制备阴性对

照溶液,按样品色谱条件测定,无干扰

2.4 样品的测定: 精密量取抗病毒口服液 25 mL 置分液漏斗中,用乙酸乙酯振摇提取 5 次,每次 20 mL。合并乙酸乙酯液,回收乙酸乙酯并蒸发至干,残留物溶于 60% 乙醇 5 mL 中,加于已处理好的大孔树脂柱 (1 cm×20 cm),先用 30% 乙醇溶液 100 mL 冲洗,弃去洗液,然后用 60% 乙醇溶液 120 mL 洗脱,收集洗脱液,浓缩至干。残留物溶于少量甲醇并移入 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,进样 20 μL ,得色谱图,由回归方程计算连翘苷的含量。样品测定结果见表 1。

表 1 3 批样品测定结果

批号	连翘苷的含量 ($\mu\text{g/mL}$)			平均值	RSD
	1	2	3	(%)	(%)
20000901	5.60	5.65	5.46	5.57	1.77
20000902	4.96	4.90	4.85	4.90	1.12
20000903	5.16	5.09	5.23	5.16	1.36

2.5 重复性实验: 同时提取抗病毒口服液 (20000902 批) 5 份,按上述方法制备样品溶液,分别进样,测定。计算出连翘苷的含量为 4.81 $\mu\text{g/mL}$, $RSD = 1.49\%$ 。

2.6 加样加收率的测定: 精密量取抗病毒口服液 7 份,其中一份作为对照,另 6 份分别加入不同量的对照溶液,按样品测定方法操作,计算回收率为 98.3%, $RSD = 1.64\%$ 。

3 讨论

3.1 提取中用到的 30% 乙醇溶液,其浓度应准确,

(20) 收稿日期: 2001-02-18