

利眠口服液中异秦皮定薄层扫描测定

王建明 王和平 宋杰 (黑龙江中医学院 哈尔滨 150040)

黄金炜 (哈尔滨市公安医院 哈尔滨 150010)

摘要 用薄层扫描法测定了利眠口服液中刺五加有效成分异秦皮定的含量。测定条件为 $\lambda_s 350\text{nm}$, $\lambda_R 500\text{nm}$, 狭缝 $1.2\text{mm} \times 1.2\text{mm}$; $S_x = 3$, 反射式锯齿扫描。加样回收率为 98.6% , $RSD = 2.16\%$, 方法比较可靠。

关键词 利眠口服液 薄层扫描 异秦皮定

Determination of Isofraxidin in Limian Liquid by a TLC-scanning Assay

Wang Jianming, Wang Heping, Song Jie

(Heilongjiang College of Traditional Chinese Medicine, Harbin, 150040)

Huang Jinwei (Harbin Public Security Hospital, Harbin, 150010)

Abstract: The content of isofraxidin in Limian Liquid was determined by TLC-scanning assay at $\lambda_s 350\text{nm}$, $\lambda_R 500\text{nm}$, Slit $1.2 \times 1.2\text{mm}$ and $S_x 3$. The recovery was 98.6% , and $RSD 2.16\%$.

Key words: Limian Liquid, TLC-scanning assay, isofraxidin

利眠口服液是由哈尔滨中药二厂生产,以刺五加为主药,配以五味子提取后经加工制备而成,具有补肾益精、健脑利眠的功效^[1]。其中刺五加的有效成分主要为异秦皮定、丁香甙等^[2],本试验研究以异秦皮定为指标,测定其含量,为控制该药品质量提供方法学研究基础。

1 仪器与药品

1.1 仪器 CS-930双波长薄层扫描仪(日本岛津);半自动微量点样器(上海激光仪器厂);UV-1型三用紫外分析仪(上海电光仪器

厂)。

1.2 药品 异秦皮定对照品(黑龙江商学院中药系提供,通过紫外光谱、红外光谱分析,熔点测定及两种薄层系统色谱鉴别证明为单体,纯度在 99% 以上);硅胶G薄层板(青岛海洋化工厂);其它试剂均为分析纯。

2 测定方法

2.1 薄层条件 将薄层板 105°C 活化1小时,点样;以环己烷-氯仿-乙酸乙酯-甲醇(10:10:5:2)为展开剂,展至适当距离后取出晾干,

于紫外灯下观察荧光斑点,结果在 R_f 值约 0.39 处显淡兰色荧光斑点,如图1所示。

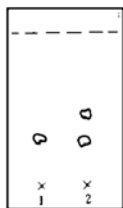


图1 异秦皮定 TLC 图谱

1. 异秦皮定对照品 2. 利眠液样品

2.2 测定波长的选择 按样品制备方法制备去刺五加的五味子空白对照液后,将对照品溶液、样品溶液及空白对照液进行全波长扫描,波长范围为200~700nm,最大吸收波长为350nm,故确定为测定波长。

2.3 扫描条件 扫描采用反射式锯齿扫描。 $\lambda_s = 350\text{nm}$, $\lambda_R = 500\text{nm}$, 狭缝 $1.2\text{mm} \times 1.2\text{mm}$, 灵敏度中, $S_x = 3$ 。

2.4 线性关系 精密称取异秦皮定对照品 4.06mg, 置5ml 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 精密吸取0.3ml 于5ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 即为48.72mg/ml 的对照品液。分别点1、2、3、4、5 μl 此液于薄层板上, 按上述方法展开并进行扫描测定, 以对照品量对峰面积作图, 在0.04872~0.2436 μg 内呈良好的线性关系。

回归方程 $Y = 0.00001289X + 0.008857$, $r = 0.9959$ 。

2.5 样品测定 精密吸取利眠口服液5ml 于分液漏斗中, 加蒸馏水20ml, 用氯仿萃取二次(25ml、20ml), 合并氯仿液回收氯仿, 残

渣用氯仿定容于5ml 量瓶中即为样品液。同法制备三个批号平行样。

精密吸取对照品液3 μl 和5 μl , 各样品液7 μl , 相向点于同一薄层板上, 各点三点, 按前法展开, 扫描测定。用外标两点法计算异秦皮定含量, 三批样品分别为0.0187, 0.0198及0.0190mg/ml。

2.6 稳定性、精密度及回收率试验

2.6.1 样品展开后, 每隔30分钟测定一次, 2小时内峰面积值基本不变, 可供有效测定。

2.6.2 于同一薄层板上点8个等量样品点, 按前法展开扫描测定, 其峰面积值无显著性差异, RSD为1.98%。

2.6.3 五次加样回收测定结果, 平均回收率为98.6%, RSD为2.16%。

3 讨论

3.1 实验结果表明本法准确度高, 重现性好, 可用于控制该制剂的含量。若制定该制剂的质量标准可进一步进行10批样品测定。本实验在方法学中测定结果为0.187~0.198mg/10ml。

3.2 异秦皮定对氯仿分配系数较高, 故经二次萃取即很完全。试验过程中的萃取次数实验表明, 将6次萃取液分别依法测定, 结果第三次萃取液含量仅有0.0007 μg , 远远超出线性范围, 可忽略不计; 而以后各点几乎不能测出, 故采用二次萃取, 以简便操作。

参 考 文 献

- [1] 黑龙江省卫生厅. 黑龙江省药品标准. 1976
- [2] 黑龙江省祖国医药研究所. 刺五加研究. 黑龙江科学技术出版社. 1981