

双波长薄层扫描法测定刺五加注射液中异秦皮啶的含量

田明 李彦冰 刘占国(黑龙江中医药大学 哈尔滨 150040)

张普民 葛嘉峰(大庆市药检所)

闰洪顺(山东威海大利化工)

刺五加具有益气健脾、补肾安神之功效^[1]。其中镇静安神主要活性成分是异秦皮啶^[2],本文应用双波长薄层扫描法测定刺五加注射液中异秦皮啶的含量,方法简便、准确,能有效地进行质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂 日本岛津 CS-930 双波长扫描仪;双槽层析缸 10cm×22cm×24cm;层析板:硅胶 G 20cm×20cm;20 μ l 微量进样器(上海医用激光仪器厂);氯仿、环己烷、乙酸乙酯、甲酸(均为 AR);样品:4 个批号刺五加注射液(中美合资黑龙江乌苏里江制药有限公司);标准品:异秦皮啶(中国药品生物制品检定所)。

1.2 实验及方法

1.2.1 供试品液及标准品液的制备 供试品液:精密量取刺五加注射液 20ml,用氯仿萃取 3 次(20ml、20ml、20ml),合并氯仿液,回收氯仿至干,残渣用乙醇溶解,定容于 10ml 容量瓶中。标准品液:精密称取异秦皮啶标准品,加乙醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液。

1.2.2 薄层分离及双波长扫描板的制备
薄层板的制备:硅胶 G 加 0.5% 羧甲基纤维素钠(CMC)溶液(1:3)调合均匀,铺板,在 105℃ 活化 1h 备用。点样与展开:在同一薄层板上用微量进样器分别点上刺五加注射液样品液及异秦皮啶标准液。以环己烷-氯仿-乙酸乙酯-甲酸(10:10:5:1)为展开剂,在双

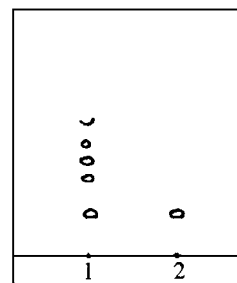


图 1 刺五加注射液 TLC 图谱

1. 刺五加注射液 2. 异秦皮啶

槽层析板缸中饱和 20min 后,用上行法展开,展距为 14cm,取出薄层板,挥尽溶剂,置紫外检测仪下于 365nm 处观察荧光斑点并定位。展开情况如图 1。

1.2.3 双波长薄层扫描条件的求测 已确定的硅胶 G 薄层板上点上异秦皮啶 5 μ l,按上行法展开,晾干后,用 Xe 灯对斑点在 200~700nm 范围内进行光谱扫描,依照扫描曲线,选择扫描波长 $\lambda_s=350\text{nm}$,参比波长 $\lambda_R=$

500nm,扫描方式为反射成锯齿扫描,Sx=3,灵敏度:MED,狭缝:1.2mm×1.2mm。

1.2.4 标准曲线的绘制及线性范围的测定

精密吸取异秦皮啶标准液 2、4、6、8、10μl,在硅胶 G 薄层板上点样,按上法展开,晾干,定位后,置岛津 CS-930 扫描仪下以扫描条件进行扫描,以点样量(μg)对斑点面积积分值作回归分析,结果在点样量 0.2~1μg 范围内,回归方程为:Y=31350.2x+5578.69,r=0.9998,n=5。

1.2.5 稳定性试验 在上述薄层板上点样品液,按上法展开,晾干,定位后,按扫描条件在一定时间内对斑点进行重复扫描,0~4h 斑点峰面积值的 RSD=2.7%,n=6;0.5~2h 斑点峰面积值的加权平均值 RSD=0.03%,n=3。由 RSD 值可知,薄层板定位后 0.5~2h 之间为最佳扫描时间。

1.2.6 精密度试验 在同一及异块薄层板上点同一批号(950615-2)供试品液,各点 5 个点,各 5μl,按上法展开,晾干后定位,进行扫描测定,得斑点的峰面积值,计算含量,求得 RSD=1.6%,n=5。

1.2.7 加样回收率测定 精密量取已知含量的样品液 10ml 5 份,各精密加入标准液(0.1093mg/ml)3ml,按供试品液制备法制成供试液,在同一块薄层板上分别点上标准品 2μl 和 8μl,加样供试液 5μl,按上述方法展开,晾干,定位后,扫描测定,计算得出加样平均回收率为 99.45%,n=5,RSD=2.61%见表 1。

表 1 加样回收率试验(n=5)

样品含量 (mg)	加样量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	RSD %
0.38	0.328	0.710	100.61	
0.38	0.328	0.698	96.95	
0.38	0.328	0.699	97.26	2.61
0.38	0.328	0.721	103.96	
0.38	0.328	0.703	98.48	

1.2.8 样品含量的测定 在同一薄层板上点异秦皮啶标准液 2μl 和 8μl 及供试液 5μl,按上法展开,晾干,定位,扫描测定。分别计算 4 个批

号样品异秦皮啶的含量。测得结果见表 2。

表 2 不同批号样品含量测定(n=3)

样品批号	异秦皮啶含量	RSD%
950828-1	0.038	1.8
950615-1	0.034	2.3
950615-2	0.040	1.7
900908	0.049	2.1

2 讨论

为了减少误差,在稳定的室温条件下,采用密闭较好的双槽层析缸,展开剂混匀。展开前饱和 20min。实验所得标准曲线是不通过原点的直线,故选用外标两点法,测定计算含量。异秦皮啶是刺五加的主要有效成分,荧光较强,检测灵敏度高,含量稳定,条件易于控制,可作为刺五加注射液的质控指标。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.广州:广东科学技术出版社,1995.345
- 2 付克治.中国刺五加.哈尔滨:黑龙江人民出版社,1986.5

(收稿:1997-05-15)

车前草治疗阴道炎 48 例

陈晓飞 罗勤芬

(中国科学院化工冶金研究所,北京,100080)

1993 年~1996 年,观察治疗 48 例阴道炎患者,年龄 23~68 岁,其中,外阴湿疹 29 例,老年性阴道炎 6 例,非特异性阴道炎 13 例。患者主要症状表现为外阴奇痒,灼痛,伴有白带增多,色黄味臭。治疗方法 新鲜车前草煎汁(0.1g/ml),浸洗阴部 20min,每日 2 次,连续治疗 3~5d 为 1 疗程。结果 本组 48 例中,外阴湿疹 29 例,治疗 2~3d,不适症状消失,全部痊愈。非特异性阴道炎 13 例,老年性阴道炎 6 例,治疗 5~7d,外阴与阴道瘙痒症状消失,白带量多、色黄味臭等症状也明显减轻。

本病大多为湿热下注,肝经郁热所致,而车前草具有清热燥湿,泻火解毒,利水通淋之功效,故效果显著。