

## 薄层扫描法测定接骨丹胶囊中土的宁

林昱, 李新田\*, 邱财荣, 杨喜民, 史锋庆, 吴玫  
(解放军第三医院药剂科, 陕西 宝鸡 721004)

[摘要] 目的: 建立接骨丹胶囊中土的宁的含量测定方法。方法: 采用薄层扫描法测定接骨丹胶囊中马钱子的土的宁含量。以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(30 20 31)为展开剂, 双波长反射法锯齿扫描, 参比波长 325 nm, 测定波长为 254 nm, 结果: 通过方法学考察, 点样量在 1.026 ~5.130  $\mu\text{g}$  呈良好的线性关系, 平均回收率为 95.23% ( $n=6$ ,  $\text{RSD}=2.44\%$ )。结论: 此测定方法简单可行, 重复性好, 可作为该药质量控制的参考依据。

[关键词] 薄层扫描法; 土的宁; 含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)07-0053-02

接骨丹胶囊是我院临床应用多年的纯中药制剂, 由制马前子、炒杜仲、没药、鹿耳、乳香、三七等多味中药组成, 具有活血化瘀、消肿止痛、强筋壮骨之功效<sup>[1]</sup>。主要治疗各种类型的骨折及骨质疏松症<sup>[2,3]</sup>。具有促进骨痂形成和骨折的愈合作用。方中的马钱子为常用中药, 具有通络止痛、散结消肿的作用, 有大毒<sup>[4]</sup>。马钱子中的主要有效成分为土的宁。为了控制该制剂的质量, 本文对接骨丹胶囊中土的宁进行了定量分析, 采用薄层扫描法对土的宁进行了含量测定。

### 1 实验条件

**1.1 仪器、试剂** CS9301PC 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(美国); 硅胶 GF254 薄层预制板(青岛海洋化工厂); 土的宁对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110705-200306); 所用化学试剂均为分析纯。

**1.2 色谱条件** 展开剂甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(30 20 3 1); 测定波长  $\lambda_s$  254 nm, 参比波长  $\lambda_R$  325 nm; 双波长反射法锯齿扫描 SX 3; 狭缝 0.4 mm  $\times$  0.4 mm; 灵敏度中等。

### 2 方法与结果

**2.1 供试品溶液的制备** 取胶囊 20 粒, 倾出内容物, 混匀。精密称定内容物 4 g, 置 100 mL 具塞锥形瓶中。精密加入氯仿 20 mL 与浓氨试液 1 mL, 密塞, 称定质量, 冷浸 24 h, 称重。用氯仿补足提取过

程中损失的质量, 充分振摇, 滤过。弃去初滤液, 精密量取滤液 10 mL, 置分液漏斗中, 用(5 100) 硫酸溶液萃取 4 次(20, 20, 10, 10 mL) 合并萃取液, 用浓氨试液调节 pH 至 10, 再用氯仿萃取 4 次(20, 10, 10, 10 mL) 合并氯仿液, 蒸干, 残渣加甲醇使溶解。定量转移至 5 mL 量瓶中, 并用甲醇稀释至刻度, 摇匀。精密吸取样品 4  $\mu\text{L}$ , 与对照品溶液 4  $\mu\text{L}$ , 6  $\mu\text{L}$ , 分别交叉点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 依法展开, 扫描测定, 共测定 3 批样品。

**2.2 标准曲线的绘制** 精密称取土的宁对照品, 加氯仿制成每 1 mL 含 1.026 mg 对照品溶液。用定量毛细管吸取上述对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5  $\mu\text{L}$  分别点于同一含硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 依上述条件展开, 依法扫描测定各斑点积分值。以点样量为横坐标, 以测得的峰面积为纵坐标, 得土的宁回归方程为  $Y=2.99 \times 10^3 X+6.84$ ,  $r=0.9998$ ; 表明本品在 1.032 ~ 5.260  $\mu\text{g}$  线性关系良好。

**2.3 干扰因素的考察** 取不含马钱子的阴性样品 20 g, 按供试品溶液的制备方法制成空白对照溶液, 取该溶液及供试液, 对照品溶液各 4  $\mu\text{L}$  依法点样, 展开、取出、晾干、扫描测定。结果在土的宁相应的色谱位置处无斑点、无吸收。

**2.4 精密度实验** 分别在同一薄层板上点 5 个相同量的上述对照品溶液, 土的宁的斑点峰面值的 RSD 为 3.3%, 表明同板精密度较好。分别在 5 个不同的薄层板上点相同量的上述对照品溶液, 土的宁的斑点峰面积值的 RSD 为 3.6%, 表明异板精密度较好。

**2.5 稳定性实验** 以同一薄层板的同一斑点依法

[收稿日期] 2009-11-02

[通讯作者] \* 李新田, Tel: (0917) 8957313; E-mail: linyu830

@ 126.com

每隔 30 min 测定 1 次。结果表明, 土的宁在 2 h 内稳定, RSD 为 2.4%。结果表明该操作在 2 h 内完成, 稳定性较好。

**2.6 重复性实验** 取同批样品 6 份, 按含量测定项下方法平行实验, 测得样品中土的宁的含量平均为 0.623 mg/粒, RSD 为 4.8%。

**2.7 加样回收率实验** 精密称取已知土的宁含量的供试品(031201) 6 份, 分别精密加入一定量的土的宁对照品溶液, 按供试品含量测定方法依次测定, 结果测得土的宁的平均回收率为 95.23 H, RSD 为 2.44 H (n=6), 见表 1。

表 1 土的宁加样回收率试验 (n=6)

No.	样品中土的宁含量 /mg	加入土的宁的量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.629 0	0.668 2	1.248 8	92.80		
2	0.584 0	0.668 2	1.230 0	96.70		
3	0.618 6	0.668 2	1.266 3	96.93		
4	0.630 6	0.668 2	1.287 1	98.25	95.23	2.44
5	0.654 9	0.668 2	1.290 0	95.00		
6	0.651 5	0.668 2	1.264 4	91.70		

**2.8 样品测定** 取 3 批样品(批号 031201, 040106, 040201), 按供试品制备方法项下, 制备样品 5 份, 精密吸取供试品溶液 8 μL, 对照品溶液 2 μL 和 4 μL, 分别点于同薄层板上, 依法展开, 扫描测定, 用外标两点法计算, 结果见表 2。

表 2 3 批样品土的宁含量测定 (n=5)

样品批号	土的宁含量 / (mg/粒)	RSD / %
031201	0.636	1.2
040106	0.629	1.1
040201	0.635	1.7

### 3 讨论

在供试品制备过程中, 样品的称定、定容等应精密, 以避免在操作中带来较大的误差。由于处组成的药物较多, 为了减少提取中杂质的含量, 先将样品用氨试液碱化, 使生物碱盐游离, 再用氯仿提取, 以硫酸溶液(5 100) 提取可将生物碱溶于酸水溶液中, 用浓氨试液调节 pH 至 10 使生物碱游离, 氯仿提取, 可除去大量杂质。选用甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(30 20 3 1) 为展开剂, 展距 15 cm, 效果较好。用该方法灵敏度高、重现性好, 可控制该制剂的质量。

### [参考文献]

- [1] 李新田, 盖静, 王志贤. 接骨丹胶囊的质量控制及药理学研究[J]. 中国药房, 2001, 12(增刊): 6.
- [2] 李新田, 盖静, 王志贤. 接骨丹胶囊的制备及临床观察[J]. 中成药, 2002, 24(8): 638.
- [3] 李新田, 朱学莉, 林昱, 等. 接骨丹胶囊治疗骨质疏松症临床疗效观察[J]. 中华临床医药杂志, 2002, 26: 4290.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005. 34.

[责任编辑 顾雪竹]