

速克痛口服液中反丁烯二酸的含量测定

张义明, 唐兴法(山东省滕州市中医医院, 滕州 277500)

摘要: 采用薄层扫描法对速克痛口服液中反丁烯二酸进行定量分析, 平均回收率 96.85%, $RSD = 1.54\%$ 。方法简便, 数据准确, 可作为本品质量控制标准。

关键词: 速克痛口服液; 反丁烯二酸; 薄层扫描法

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)05-0006-02

Content Determination of Fumaric Acid in Sukebing Oral Liquid

ZHANG Yi-ming, TANG Xing-fa

(Tengzhou Hospital of Traditional Chinese Medicine in Shandong, Tengzhou, 277500)

Abstract: The quantity of fumaric acid in Sukebing oral liquid was analyzed with the method of thin layer scan. Average rate of recovery was 96.85%. RSD was 1.54%. The method is simple and the data is nicety. The method may be used as a method of quality control of standard on Sukebing Oral Liquid.

Key words: Sukebing oral liquid; fumaric acid; thin layer scan

速克痛口服液由七叶莲、川芎、天麻、葛根、白芍等中药经水提取, 乙醇处理等步骤, 按一般口服液制备工艺精制而成。临床主要用于治疗各种原因引起的头痛。七叶莲为君药, 据目前国内有关资料发现, 七叶莲品种繁多, 计有五加科、木通科等 5 个科属, 约 21 个品种。本文所采用的为五加科植物密脉鹅掌柴 *Schefflera venulosa* Wight et Am. 的全株^[1], 七叶莲, 性温。功用止痛消肿, 舒筋活络, 用于风湿骨痛、头痛^[2]。现代药理研究具有较强的镇静止痛作用, 主要有效成分为反丁烯二酸^[3]。薄层扫描测定反丁烯二酸的方法未见报道。为控制速克痛口服液质量, 保证临床疗效, 我们建立了薄层扫描法测定反丁烯二酸的含量测定方法, 此法结果准确、可靠。

1 仪器试药

薄层扫描仪为日本岛津 GS-910 型双波长薄层扫描仪。

反丁烯二酸购自北京中国药品生物制品检定所, 硅胶 G 为青岛海洋化工厂产品。

速克痛口服液由山东省滕州市中医医院制备。所用药材七叶莲购自湖南衡阳市医药公司, 经衡阳市药品检验所鉴定为密脉鹅掌柴 *Schefflera venulosa* Wight et Am. 的干燥茎叶。其它中药材购自滕州市医药公司, 经济宁市药检所鉴定符合九五版中国药典。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 薄层板为自制板(10×20cm), 取 4g 硅胶 G, 加水 12ml, 研磨后铺板, 室温晾干后, 105℃ 活化 1h, 备用。展开剂为环己烷-氯仿-醋酸乙酯(20: 5: 8), 显色剂为 10% 硫酸乙醇液, 喷雾后 85℃ 加热约 10min, 显色。测定波长为 420nm, 参比波长为 325nm, $SX = 3$, 狭缝 1.25×1.25mm, 双波长反射法锯齿扫描, 扫描速度: 20mm/min, 纸速: 20mm/min。

2.2 可行性 分别吸取对照品液、供试品液与阴性对照液点于同一薄层板上, 按上述条件展开、显色、扫描、测定, 结果见图 1。

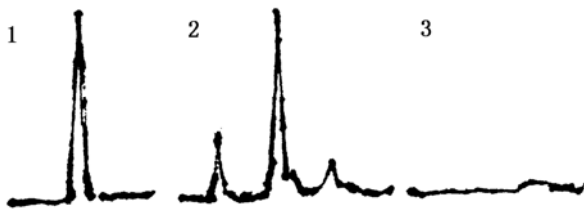


图1 速克痛口服液中反丁烯二酸
薄层扫描图
1. 对照品 2. 样品
3. 阴性对照品

由图1可知速克痛口服液中七叶莲以外的其它成份对反丁烯二酸含量测定无影响。

2.3 标准曲线制备 取反丁烯二酸对照品10mg,精密称定,置10ml量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀,为对照品溶液。精密吸取反丁烯二酸对照品溶液2、4、6、8 μ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,按上述条件展开、晾干、显色后立即用同样大小玻璃板盖上,四周用胶带纸粘封,放至室温后,按前述条件扫描测定计算,回归方程: $Y = 18.8x - 0.35$ $r = 0.9994$ 。结果表明反丁烯二酸在0.2~0.8 μ g范围内呈线性关系。

2.4 稳定性试验 吸取反丁烯二酸对照液2、4 μ l分别点于同一薄层板上,按前述条件展开,显色后,每20min测定一次,结果表明在3h内稳定, RSD 分别为1.60%和1.31%。

2.5 精密度测定 取同一薄层板,点供试品液5点,展开、显色、测定结果 RSD 为1.95%。

2.6 加样回收率试验 取已知含量的口服液6支(每支20ml),定量加入反丁烯二酸对照品适量,按样品测定步骤制备供试品溶液、展开、显色、测定,计算回收率,结果回收率为96.58%, $RSD = 1.54\%$ 。

2.7 样品测定 取3支口服液摇匀,精密吸取20ml置蒸发皿中,于水浴蒸干,残留物加

0.5%酸性乙醇液10ml搅拌溶解,过滤,再以适量乙醇洗涤,合并乙醇液,置蒸发皿中,于水浴上蒸至无醇味,残留物用水20ml分次溶解至分液漏斗中,用正丁醇萃取三次(20、20、15ml)合并正丁醇提取液,于水浴减压蒸干,残留物用甲醇适量溶解置10ml容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,为供试品溶液。分别吸取供试品溶液4 μ l,对照品溶液2 μ l、4 μ l,点于同一硅胶G薄板上,按前述条件展开,晾干,显色,测定,用外标二点法计算反丁烯二酸的含量,结果见表1。

表1 速克痛口服液中反丁烯二酸含量测定结果

样品(批号)	反丁烯二酸含(mg/1ml)	$RSD(\%)(n=5)$
1	0.35	1.92
2	0.37	2.18
3	0.37	2.05
4	0.36	1.43
5	0.37	3.11

3 讨论

3.1 采用薄层扫描法测定七叶莲中反丁烯二酸的含量,方法简便,快速准确,可作为速克痛口服液的有效成分含量测定方法。

参考文献:

- [1] 云南省药品标准[S]. 昆明:云南大学出版社,1998.3.
- [2] 冯存忠,张义明.速克痛口服液药效实验[J].湖南中医药导报,1998,4(11):30.
- [3] 王大林,余芝龙.七叶莲有效成分的研究[J].中草药通讯,1979,10(11):18.
- [4] 侯世荣,刘燕燕.七叶莲制剂与三丁酸钠注射液止痛作用的临床观察[J].中草药,1983,14(2):28.