

双波长薄层扫描法测定愈心痛中延胡索乙素的含量

吉林省中医中药研究院(130021)
通化一洋制药有限公司

黄青 张洪岩 李勇 张本
代万英

【关键词】 延胡索乙素 薄层扫描法 含量测定

1 仪器与试剂 日本岛津 CS-930 型薄层扫描仪, 硅胶 G 预制薄层板(青岛海洋化工厂), 微量点样器(美国进口产品), 延胡索乙素标准品由卫生部生物制品检定所提供, 愈心痛由吉林敖药厂提供, 溶剂、试剂均为分析纯。

2 实验条件与方法

2.1 标准品溶液的制备 精密称取延胡索乙素适量, 置 5ml 量瓶中, 以甲醇溶解并稀释至刻度, 制成每 1ml 含 0.2mg 的标准溶液。

2.2 样品溶液的制备

2.2.1 供试品溶液的制备 取本品胶囊 5 粒, 倾出内容物, 精密称定, 置索氏提取器中, 用氨试液将提取物湿润 1h, 再加入氯仿 100ml, 回流提取 4h, 回收氯仿, 定量转移至 5ml 量瓶中, 加氯仿稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.2.2 阴性样品溶液的制备, 按处方称取除延胡索外其他药材(相当于 5 粒成药投料), 按上述供试品溶液制备法处理, 得阴性样品溶液。

3 薄层条件 在薄层层析中, 我们选用以下几种系统进行展开, 考察分离样品效果。a: 正己烷-氯仿-甲醇-二乙胺(10:6:1:0.05); b: 乙醚-环己烷-甲醇(5:3:0.5)饱和 30min; C: 石油醚-醋酸乙酯(2:17)氨蒸汽饱和 15min; d: 苯-丙酮(8:2)。经反复试验认为以 d 系统分离效果较好。展距 10cm, 并用碘蒸汽熏约 30s, 在紫外灯(365nm)下检视斑点位置。

4 扫描波长选择及仪器参数确定 将延胡索乙素标准品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液点于同一硅胶 G 薄层板上, 依法展开, 确定位置, 用 CS-930 型薄层扫描仪对延胡索乙素斑点供试品及阴性样品进行扫描(200~370nm), 前两

者均在 280nm 处有最大吸收峰, 而阴性样品在此处无吸收。在 305nm 处为最小吸收峰, 故确定 $\lambda_s=280\text{nm}$, $\lambda_r=305\text{nm}$, 反射法线性扫描, 狭缝在 $1.2 \times 1.2\text{mm}$, $sx=3$ 。

5 精密度试验 在同一薄层板上对不同斑点扫描测定, 峰面积积分值变异系数为 $RSD=1.99\%$ ($n=5$), 见表 1。

表 1 精密度试验结果

吸收峰面积	11230.54	11663.50	11175.25	11350.85	11635.38
$\bar{x}=11411.104$	$RSD=1.99\%$				

6 线性范围 准确吸取延胡索乙素(0.2mg/ml)溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μl , 点于同一硅胶 G 薄层板上, 按拟定方法展开, 测定, 以标准品 μg 数为横坐标, 斑点峰面积积分值为纵坐标作图, 得未通过原点的一条直线。线性方程 $Y=-1460.54+5256.08X$, $r=0.9997$, 故延胡索乙素在 0.2~1.2 μg 之间线性关系较好。

7 样品测定 因标准曲线未经过原点, 故采用外标两点法测定。按上述选定的方法, 取三批样品, 分别提取、分离、测定, 计算愈心痛胶囊中延胡索乙素的含量不低于 0.069mg/粒。

8 回收率试验

8.1 薄层回收率 在同一薄层板上点样, 依次为阴性液 2 μl , 阴性液 2 μl 加标准品溶液 2 μl , 同时 5 次试验, 测定回收率为 100.32%, $RSD=1.80\%$ 。

8.2 加标回收率 取已知含量的愈心痛胶囊内容物 5 份, 分别加入一定量延胡索乙素标准品, 按样品含量测定方法操作并计算回收率为 97.82%, $RSD=2.003\%$ 。

(收稿日期 1998-08-31)