

双波长薄层扫描法测定益气补血片中阿魏酸的含量

黄 青 张洪岩 许卯力 李 勇 张 本 (吉林省中医中药研究院 长春 130021)
陈 磊 (第一汽车制造厂职工医院药剂科 长春 130021)

益气补血片是 1994 年经国家卫生部批准的三类中药制剂,由生晒参、当归、黄芪等十味中药组成。具有益气补血、健脾滋阴之功效。为确保临床用药质量,我们采用双波长薄层扫描法测定益气补血片中阿魏酸的含量,方法重现性好,简便、灵敏、可靠。现报道如下:

1 仪器与试药

岛津 CS-930 型双波长扫描仪;定量毛细管(Drummond Co. USA);硅胶 G 薄层预制板(青岛海洋化工厂分厂);阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所);益气补血片是由吉林省四平松辽制药厂生产(95001、95002、95003);其他试剂均为分析纯。

2 方法及结果

2.1 薄层层析及扫描条件^[1] 苯-醋酸乙酯-甲酸(8:2:0.2)展开,取出,吹干,在紫外灯下确定位置,选用 $SX=3$,狭缝为 $1.2 \times 1.2\text{mm}$ 条件下,进行全波长(200-370nm)线性扫描,选定 $\lambda_s=320\text{nm}$, $\lambda_R=370\text{nm}$

2.2 线性关系 阿魏酸对照品加甲醇溶解,制成 1.01mg/ml 的溶液。精密吸取 1、2、3、4、5 μl ,点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,测定,以浓度为横座标,吸收度为纵座标,绘制浓度与吸收峰面积的关系,故采用外标两点法,其回归方程为 $Y=942.56+1465.28x$, $r=0.9998$,线性范围在 $1.01 \sim 5.05\mu\text{g}$ 。

2.3 空白试验 按处方工艺制成的当归阴性样品,薄层扫描图上未见干扰。

2.4 样品的测定 取本品 10 片(除去糖衣)研成细粉,精密称定,置索氏提取器中,用甲醇 100ml 提取至无色,回收甲醇,残渣蒸干,用 20ml 水溶解并置于分液漏斗中,乙醚萃

取 3 次,每次 15ml,合并醚层,用 20%碳酸钠溶液萃取 3 次,每次 15ml,弃去醚液,碱液用醋酸乙酯洗涤 3 次,每次 10ml,碱液加盐调 $\text{PH}2 \sim 3$,再用乙醚萃取 3 次,每次 10ml,挥去乙醚,残渣用甲醇溶解至 5ml 量瓶中,为供试品溶液,分别吸取对照品溶液 2、4 μl ,供试品溶液 3 μl ,点于同一硅胶 G 薄层板上,依法展开,测定供试品和对照品吸收度积分值,计算即得,结果见表 1。

表 1 供试品测定结果

批号	每批供试品中阿魏酸含量 %
95001	0.183
95002	0.189
95003	0.185

2.5 稳定性试验 在薄层板上点 2 μl 对照品液,展开,依法测定,间隔 0.5h 扫描 1 次,持续 2h,结果 $n=5$ $RSD=3.5\%$,在 2h 内测定基本稳定。

2.6 精密度试验 依法对同一批样品进行 5 次独立测定,阿魏酸和平均含量为 0.1802% $RSD=3.45\%$

2.7 回收率试验 以同法测得的已知含量的益气补血片样品为基底,加入对照品适量,依上述选定的方法提取、分离,测得加标回收率,结果见表 2。

表 2 回收率试验结果

样品量 (mg)	加标量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}(\%)$	RSD %
1.93	2.05	3.91	96.59	97.62	1.23
1.97	2.07	4.02	99.03		
1.95	2.25	4.14	97.33		
2.30	2.35	4.62	98.72		
2.05	1.95	3.93	96.41		

3 讨论

益气补血片由 10 味中药组成的复方制剂,组成复杂,干扰组分多,采用多种溶媒系

统萃取,得到较好的分离效果,且按处方工艺制成的当归的阴性样品,在薄层扫描图上未见干扰,故可采用此种方法,进行样品含量测定。生晒参是方中的主药,含量测定方法已另文报道。

参考文献

- 1 李国强,刘志红,候家麟,等. 中成药,1991,13(3):15

(收稿:1996-08-16)