

薄层扫描法测定复方仙灵脾注射液中淫羊藿苷的含量

胡润淮¹, 殷明文², 万 炎¹

(1. 河南中医学院中药系, 郑州 450008; 2. 郑州大学无机化学教研室, 郑州 450052)

摘要: 建立薄层扫描法测定复方仙灵脾注射液中淫羊藿苷含量的方法。线性范围为 1.15 μ g~5.75 μ g, 平均回收率 98.84%, $RSD=1.16\%$ 。该方法快速、灵敏、准确、重现性好, 可用于该制剂的质量控制。

关键词: 复方仙灵脾注射液; 淫羊藿苷; 薄层扫描; 含量测定

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** D **文章编号:** 1005-9903(2001)05-0008-02

复方仙灵脾注射液是我院研制的一种中药制剂, 由淫羊藿、黄芪等中药组成, 具有补气升阳, 活血化瘀等功效, 对治疗中风后遗症有良好的疗效。淫羊藿苷是淫羊藿的主要活性成分, 曾有文献^[1-3]报道用紫外分光光度法、薄层扫描法和高效液相色谱法测定淫羊藿制剂中淫羊藿苷的含量, 但复方仙灵脾注射液中淫羊藿苷含量的测定方法未见报道, 本文采用薄层扫描法对其中的淫羊藿苷进行了含量测定, 为控制该制剂的质量提供了可靠的依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 CS-9301 型双波长薄层扫描仪(岛津); 微量分析天平(METTLER AE 240 瑞士); 定量毛细管(Drummond USA)。

1.2 试剂 硅胶 CF₂₅₄(青岛海洋化工厂); D101 大孔吸附树脂(天津制胶厂); 复方仙灵脾注射液(河南中医学院一附院制剂室); 淫羊藿、黄芪等中药材购自河南中医学院一附院药房, 经河南中医学院中药鉴定教研室鉴定为正品, 淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所); 所用试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果^[2,4]

2.1 淫羊藿苷对照品溶液的制备 称取淫羊藿苷对照品 1.15mg, 加甲醇溶解并定容至 1ml。

2.2 供试品溶液的制备^[5,6] 用移液管吸取复方仙灵脾注射液 5ml, 置分液漏斗中, 先用 0.1mol/L NaOH 饱和过的正丁醇萃取 3 次(10, 15, 20ml), 弃去碱液, 合并正丁醇层, 再用正丁醇饱和过的 0.1mol/L NaOH

溶液洗涤 3 次(15, 20, 20ml), 弃去碱液, 合并正丁醇层, 置水浴上蒸干, 残渣以水 7ml 溶解, 置于已处理好的大孔吸附树脂层析柱(1cm $\times$ 10cm)上, 依次用蒸馏水、20% 乙醇、70% 乙醇进行洗脱, 洗脱液体积均为 100ml, 流速为 5ml/min。收集 70% 乙醇洗脱液, 回收乙醇后, 置于浴上蒸干, 残渣用少量甲醇溶解, 移至 5ml 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度。

2.3 薄层层析条件 吸附剂: 硅胶 GF₂₅₄-0.3% CMC-Na(3:1) 搅拌均匀后, 涂布于(10 $\times$ 20cm)玻璃板上, 厚度为 0.5mm, 晾干后于 105 $^{\circ}$ C 活化 1h, 置干燥器中备用。展开剂: 醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:1:1:1)。展开方式为上行, 展距为 15cm。在可见光下定位, R_f 值约为 0.5。

2.4 薄层扫描条件 采用反射法单波长锯齿扫描法, 狭缝为 1.2mm $\times$ 1.2mm, 线性参数 SX=7, 扫描宽度为 14mm, 灵敏度为中等, 测定波长为 $\lambda=272$ nm。

2.5 标准曲线的绘制 用定量毛细管分别吸取上述对照品溶液 1.2、2.0、3.0、4.0、5.0 μ l, 点于同一硅胶 CF₂₅₄ 薄层板上, 按 2.4、2.5 项中的方法展开, 取出晾干, 定位, 进行扫描测定。以淫羊藿苷对照品点样量为横坐标, 以斑点峰面积积分值为纵坐标, 求得回归方程式为 $Y=11567.75x+1158.99$, 相关系数 $r=0.9998$ 。结果表明, 点样量在 1.15~5.75 μ g 之间与峰面积积分值呈线性关系。

2.6 稳定性试验 在同一薄层板上, 点对照品溶液 4 μ l, 薄层层析后分别于 30、60、90、120min 时按上述方法进行扫描测定, RSD 为 1.28%。结果表明, 在 2h 内斑点稳定。

2.7 精密度试验 分别吸取对照品溶液 4 μ l, 在同

一薄层板上,点5个相同量的点,按上述方法进行展开,定位及扫描测定, RSD 为 1.94%。

2.8 重现性试验 以同一批号的供试品溶液,按上述方法重复测定5次,淫羊藿苷的含量(mg/ml)分别为0.34, 0.35, 0.35, 0.36, 0.35, RSD 为 2.02%。

2.9 回收率试验 精密称取复方仙灵脾注射液10ml,加入一定量的对照品,按上述方法制备待测液,进行展开、定位与扫描测定,计算回收率,结果见表1,平均回收率为98.84%, RSD 为 1.16%。

表1 回收率试验

供试品中淫羊藿苷 含量(mg)	加入对照 品量(mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ %	RSD (%)
0.360	0.363	0.721	99.45		
0.360	0.363	0.715	97.80		
0.360	0.363	0.717	98.35	98.84	1.16
0.360	0.363	0.725	100.55		
0.360	0.363	0.716	98.07		

2.10 供试品的含量测定 吸取供试品溶液10 μ l,对照品溶液2 μ l、4 μ l,交叉点样于同一薄层板上,按上述方法进行扫描测定,结果见表2。

表2 供试品中淫羊藿苷含量 ($n=5$)

批号	含量(mg/ml)	RSD %
980520	0.36	2.78
980528	0.35	2.40
980618	0.38	1.86

3 讨论

3.1 由试验结果可知,在处理样品时,用水、20%乙醇、70%乙醇从大孔吸附树脂层析柱中洗脱,并取70%乙醇的洗脱液进行薄层层析,可以较好地避免复方仙灵脾注射液中其它成分的干扰。

3.2 试验结果表明,采用薄层扫描法测定复方仙灵脾注射液中淫羊藿苷的含量,操作较为简单,重现性好,灵敏可靠,可以作为复方仙灵脾注射液质量控制的依据之一。

参考文献:

- [1] 王立昌,宋小妹,武新华.淫羊藿总黄酮提取分离工艺研究[J].中成药,1996,18(5):1.
- [2] 黄慧成,赵仁庚,江涛达.薄层扫描法测定肾宝中淫羊藿甙的含量[J].中国药学杂志,1992,27(12):733-734.
- [3] 倪健,周原,卢印英.反相高效液相色谱法测定复春片中淫羊藿甙的含量[J].中成药,1992,14(1):11-12.
- [4] 杨锡,罗兴平.双波长高效薄层扫描法测定淫羊藿及其制剂雄风胶囊中淫羊藿甙的含量[J].中草药,1993,24(10):520-521.
- [5] 王宜祥,傅剑飞.HPLC法测定延生护宝液中淫羊藿甙的含量[J].中成药,1996,18(5):11-12.
- [6] 关荣才,金斌.乳增宁胶囊中淫羊藿苷含量测定方法改进[J].药物分析杂志,1999,19(2):127-129.