

(三)回收率测定 精密量取标准溶液 0.5ml, 加 1ml 血清于 15ml 离心管中、加硅藻土 1g, 搅拌后精密加甲醇 10ml 摇匀。以转速 2500rpm 离心 20 分钟, 取上清液用 0.5 μ m 微孔滤膜过滤, 取滤液进样 20 μ l (重复进样 3 次), 用外标法定量。结果见表 1。

(四)样品测定 按兔体重 5mg/Kg 剂量耳静脉给药, 3 分钟后以股静脉插管取兔血浆 2~3ml, 3000rpm 离心后, 精取 1ml 血清, 以下同回收率方法操作。结果见图 2。

四、小结

薄层扫描法测定四逆散口服液中芍药甙的含量

杨丽彬 姜晓析 靳宝峰 王 锦

(沈阳军区药检所 沈阳 110026)

摘要 本文采用薄层扫描法测定四逆散口服液中芍药甙的含量。在所试浓度范围内呈良好线性关系, 标准曲线回归方程 $Y=448.7X-237.5$, 相关系数 $r=0.9992$, 其方法回收率为 98.18%, RSD 为 0.60%。

关键词 薄层扫描法, 芍药甙, 四逆散口服液

四逆散为传统祛邪解郁, 疏肝理脾之和解类药, 由枳实、白芍、柴胡、甘草四味中药组成。近年来, 根据临床实验观察, 其口服液比蝮蛇抗栓酶、藻酸双酯钠作用更全面, 能显著地影响血液流变学参数, 促进血液循环, 降低血糖, 还可调整神经机能, 无明显的不良反应。为了保证临床用药安全有效, 控制该药的内在质量, 我们应用薄层扫描法, 成功地测定了该药中主药有效成分芍药甙的含量, 为复方制剂中芍药甙的含量测定提供了参考依据。

一、实验条件

(一)仪器与药品 CS-920 薄层扫描仪和显色装置, 日本岛津; 硅胶 G, 青岛海洋化工厂; 薄层自动铺板器, 四川省中医研究所监制; 标准微量毛细管, USA; 芍药甙对照品, 中国药品生物制品检定所提供; 四逆散口服液, 大连高等医学专科学校提供; 其它试剂均

促甲状腺激素释放激素系抗休克新药。用反相离子对高效液相色谱法测定兔血浆 TRH 浓度, 分离效果好, 检测灵敏度高, 结果准确, 重现性好。可用于 TRH 血药浓度监测及药代动力学研究。

参考文献

- [1] Elot Spinel et al. Journal of Chromatography. 1979: 175:198
- [2] E. C. Griffiths. Clinical science, 1987; 73: 449
- [3] Dennis Engler et al. Clin Inves, 1981; 67: 800

为 AR。

(二)层析及扫描条件 展开剂: 氯仿-甲醇-乙酸乙酯-甲酸 (20:10:2.5:0.2), 以浓氨水饱和层析槽。硅胶 G 板 (CMC-Na0.3%): 15cm \times 15cm。上行展开, 展距 10cm。显色条件。5% 香草醛硫酸液, 加热显色呈紫兰色斑点。扫描条件 $\lambda_s=583\text{nm}$, 反射法锯齿扫描, SX=1, 狭缝 2nm \times 2nm, 背景 ON。

二、实验方法与结果

(一)线性化试验 精密称取芍药甙对照品适量, 加无水醇溶解成 1mg/ml。溶液作为对照品溶液。以微量毛细管分别吸取 1, 2, 3, 4, 5 μ l。点于同一硅胶 G 板上, 按前述条件展开, 显色, 扫描, 测定。对照品含量 X 为横坐标, 峰面积 Y 为纵坐标, 在 1~5 μ g 之间呈直线关系, 回归方程为 $Y=448.7\bar{X}-237.5$, $r=0.9992$ 。

(二)精密度试验 依法在同一块硅胶 G

板上,分别点 5 个同量的芍药甙对照品点,其测定结果: $\bar{X}=2006.2$, $RSD=1.91\%$

(三)稳定性试验 依上法操作取得清晰斑点后,在薄层板上覆盖同样大小玻璃板,四周用胶布固定,每隔 20min 测定斑点面积分值,结果表明在 2h 内稳定性好,峰面积分值几乎无变化, $RSD=2.08\%$

(四)样品测定 精密量取四逆散口服液 10ml,用旋转蒸发器浓缩至 2~3ml,加无水醇 20ml,振摇,静置,过滤。滤液浓缩约 1ml,再同法提取 2 遍,浓缩至略干,用无水醇洗至 1ml 容量瓶中,稀释至刻度。置冰箱(约 4℃) 24h 后,精取 0.1ml,置 1ml 容量瓶中,加无

表 1 四逆散口服液样品测定结果(n=3)

批号	点样量(μl)	芍药甙含量(μg)
940311	3	4.38
940310	3	4.22
940228	3	4.11
940220	3	4.19
940210	3	4.16

水醇至刻度,混匀,作为供试品溶液,以微量毛细管分别吸取对照品,供试品溶液各 3μl,点于同一硅胶 G 板上,依法测定(外标一点法),结果见表 1。

(五)回收率试验 精密称取适量芍药甙

表 2 芍药甙加样回收率试验结果(n=3)

加入量(μg)	样品含量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	$\bar{X} \pm S(\%)$	RSD(%)
1.872	0.87	2.71	98.29		
1.872	0.89	2.73	98.29		
1.872	0.88	2.70	98.22	98.18 ± 0.5	0.60
1.872	0.89	2.74	98.82		
1.872	0.87	2.70	97.26		

对照品,加入已知芍药甙含量的样品中,按供试品溶液制备项下操作,制得样品溶液。同前点样,层析,扫描,测定,结果见表 2。

三、讨论 本实验提取芍药甙的方法,简便易行,免去了有机溶剂反复萃取^[1]及上氧化铝柱、洗脱剂洗脱^[2]之繁琐。分离效果好,

结果准确满意,适合复方制剂中的芍药甙的定量分析。

参考文献

- [1]罗迈等.用薄层扫描法测定健儿冲剂中芍药甙的含量.中国医院药学杂志,1992;12(8):366
- [2]刘金旗等.四物汤口服液中芍药甙的含量测定.中成药,1993;15(4):13

伤湿止痛膏中阿托品的含量测定

许铁峰 高晶辉 左 杨*

(解放军第 205 医院药剂科 锦州 121000)

伤湿止痛膏中含有多种活性成分,是临床较常用的一种贴膏剂。主要用于风湿性关节、肌肉疼痛及扭伤等。对其中活性成分之一阿托品,药典规定用薄层层析的方法定性检出;本实验采用染料比色法进行含量测定。结

果表明阿托品浓度在 0.00125mg/ml~0.0400mg/ml 范围内染料比色法的线性关系良好,回归方程为 $C = -6.4 \times 10^{-4} + 0.231\Delta A$, $r = 0.9991$,平均回收率为 101.1%,从而为伤湿止痛膏中阿托品的定量提供