薄层扫描法测定强痛宁制剂中酯蟾毒配基的含量

徐红辉,谢红艳(浙江省鄞州人民医院,浙江 鄞州 315040)

摘要:目的 提供合适的方法,以控制强痛宁制剂中蟾酥的含量。方法 双波长薄层扫描法测定强痛宁制剂中酯蟾毒配基的含量,λ_S =295nm,λ_R =370nm,在 1.102 ~5.510范围内与吸收面积积分值呈良好的线性关系(r=0.999 4)。结果 平均加样回收率为 98.88%,RSD值为 0.71%(n=5)。结论 本法简单、准确,可作为蟾酥质量控制方法。

关键词:强痛宁;酯蟾毒配基;薄层扫描法;含量测定
中图分类号:R917.799.1 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2006)06-0502-03

Determination of resibufogenin in the preparation of Qiangtongning by dual wavelength TLC-scanning method

XU Hong-hui, XIE Hong-yan (*Ningbo Yinzhou People's Hospital, Yinzhou* 315040, *China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop a mothed for the quality control of dried toads venom in the preparation of Qiangtongning. **METHODS** A daul wavelength TLC-scanning method was used for the determination of resibufogenin in the preparation of Qiangtongning. λ_S =295nm, λ_R =370nm. linear ralationship was found within the range of 1.102 ~5.510μg(r=0.999 4). **RESULTS** The average recovery of adding sample and RSD were 98.88 % and 0.71 %(n=5), respectively. **CONCLUSION** The method is simple and accurate, It can be used for the quality control of dried toads venom.

KEY WORDS: Qiangtongning; resibufogenin; TLC-scanning method; determination

强痛宁是一种用于镇痛的中药复方制剂,由多味中药组成,主要含有三七、蟾酥、冰片、高乌甲素等成分,具有较好的止痛效果。笔者用双波长薄层扫描法测定其中酯蟾毒配基的含量,现将测定方法总结如下。

中国现代应用药学 http://www.chinjmap.com

1 仪器和试药

薄层扫描仪(岛津 CS-930),紫外光谱扫描仪(岛津 UV-2000),定量毛细管(Drummond公司),AG-204电子天平(Mettler-Toledo),回旋蒸发仪,硅胶 GF254(青岛海洋化厂),强痛宁制剂(浙江省医学科学院 批号 040210),酯蟾毒配基对照品(中国药品生物制品检定所 编号 030523),所有试剂都为分析纯。

2 溶液的制备

2.1 对照溶液的制备

精取酯蟾毒配基 5mg,用氯仿定溶至 10mL,得 0.5mg/mL的酯蟾毒配基的氯仿溶液。

2.2 供试品溶液的制备

精密称取 2g强痛宁样品粉末共三份,置索氏提取器中,加入氯仿适量,加热回流 5h,放冷,回收氯仿,残渣用 2mL氯仿充分溶解并过滤于 5mL的量瓶中,再用氯仿少量氯仿多次洗涤容器和滤器,洗液并入量瓶中,分别用氯仿稀释至刻度,得到三份供试品溶液。

2.3 阴性对照液的制备别

取不含蟾酥的供试品约 2g,以下操作同"2.2",得到的溶液为阴性对照液。

3 薄层色谱及扫描的条件

3.1 薄层色谱

硅胶 GF2540.5% CMC-Na(1/3)[1],厚度为 0.5cm,110℃活化 1h,置干燥皿中备用,展开剂为氯仿-丙酮-环己烷(3∶3∶4)[2],取对照液、供试品溶液和阴性对照液各 2μL,点样,展开,在紫外光 365nm下检视定位,对照液和供试品溶液呈淡黄绿斑点,Rf=0.6,阴性对照液在此位置无斑点,在此位点做 λ_S =295nm, λ_R =370nm双波长反射法拉锯式扫描,面积吸收积分值 723.56,不影响测定结果。

3.2 扫描波长的确定

在对照品斑点的位置做 200~400nm范围内光谱扫描,由光谱图确定 λ_S =295nm, λ_R =370nm。

3.3 扫描条件

双波长反射法锯齿形扫描,外标二点法,SX=3,狭缝1.2mm×1.2mm,扫描宽度 0.8cm,扫描速定 0.2min/次。

4 线性关系

在同一块硅胶 GF254薄层板上点样酯蟾毒配基对照溶液 2.0,4.0,6.0,8.0,10.0μL,展开,定位,扫描测定,测定结果见表 1。得到的回归 A=-1526.64.21+15573.04C, R=0.999 4(A为面积吸收积分值,C为对照品的量 μg),结果表明在 1.102~5.510μg范围内与吸收面积积分值存在良好的线性关系。

5 斑点的稳定性试验

在硅胶 GF254薄层板上点样酯蟾毒配基对照品溶液和供试品溶液各 4.0μL,按上述条件展开定位,扫描测定,每间隔 0.5h连续测定斑点的面积吸收积分值。结果表明,二者在 4h内稳定,面积吸收积分值不变。对照品的斑点 $\bar{A}$=33869.35, RSD=0.86%,供试品的斑点 $\bar{A}$=29857.30, RSD=0.82%。

表 1 标准曲线的测定结果

Tab 1 Determination results of standard curve

样品量(μg)	吸收面积积分值 A
1.102	16045.48
2.204	33878.98
3.306	49003.07
4.408	68536.32
5.510	85621.25

6 精密度试验

6.1 同板精密度试验

精取对照品溶液和供试品溶液各 4.0μL,各 5个点,按上述条件展开定位,扫描测定面积吸收积分值,其 RSD分别为 1.02%和 0.95%。

6.2 异板精密度试验

精取对照品溶液 2μL和 6μL,供试品溶液 6μL,分别点样于同一块薄层板上,点样 5块硅胶 GF254薄层板,按上述条件展开定位,扫描测定面积吸收积分值,结果见表 2,平均含量为 1.259mg/g,异板精密度 RSD=1.49%。

表 2 异板精密度试验结果

Tab 2 Results for precision test of different boards

样品量(g)	吸收面积积分值 A	测得量(μg)	含量(mg/g)
2.125	48729.68	3.227	1.266
2.125	48900.38	3.238	1.270
2.125	47702.21	3.161	1.240
2.125	48722.48	3.227	1.265
2.125	47731.03	3.163	1.240

7 加样回收率试验

取已知含量的供试品粉末 2g,精密称定,加入酯蟾毒配基 2.4mg,混均,以下操作同"2.2",制成溶液,精取此溶液 6μL,对照品溶液 2μL和 6μL,交叉点于同一块硅胶 GF254薄层板,以氯仿-丙酮-环己烷(3∶3∶4)为展开剂,展开,取出晾干后,在紫外光 365nm下检视定位,扫描 λ_S =295nm, λ_R =370nm,结果见表 3,加样回收率为 98.88%,RSD为 0.71%。

表 3 加样回收率试验结果

Tab 3 Results for recovery tests

样品量(g)	样品含有量(mg)	对照品加入量(mg)	测得总量(mg)	加样回收率(%)
2.0096	2.536	2.306	4.803	98.31
1.9595	2.473	2.482	4.952	99.88
2.1643	2.731	2.563	5.262	98.75
1.8231	2.301	2.337	4.621	99.27
2.1547	2.719	2.414	5.089	99.18

8 样品的测定

精取供试品溶液 6μL,以下操作同"异板精密度试验",结果见表 4,强痛宁制剂中酯蟾毒配基的含量为 1.262mg/g, RSD=0.79%。

表 4　酯蟾毒配基的含量测定结果

Tab 4　Determination results of samples

试验号	供试品量 (g)	吸收面积积分值 A	吸收面积积分值 $\bar{A}$	含量 (mg/g)
1	2.125	47852.36	48243.38	1.268
		48534.15		
		48343.63		
2	1.982	44256.62	44886.85	1.265
		44785.32		
		45618.61		
3	2.253	49563.29	50523.91	1.253
		50765.48		
		51242.96		

强痛宁制剂中含的成分较多,蟾酥是该复方制剂中主要成分之一。本实验用拉锯式 TLC扫描法测定酯蟾毒配基的含量可以除去其他成分的干扰,测定结果准确可靠,对控制该制剂中蟾酥的含量具有重要意义。

参考文献

[1] WANG W, QIAO W L, TA N. Determination of zhong hua chan du ji inmeihuuadianshewan bydual wavelength TLC-scanning method [J]. The Chinese Joumal Of Modern Applied Pharmacy(中国现代应用药学), 2001, 18(2): 129-131.

[2] LU W Q, LONG X H, Identified medicinal meterials in Chinese pharmacist-prepared medicine by TLC-scanning method[M](中成药中的药材薄层色谱鉴别), Beijing: People's Health Publishing House, 1997: 572.

收稿日期: 2005-10-28

http://www.chinimap.com