

新灭澳灵片中靛玉红的薄层扫描测定

上海第二军医大学药剂教研室 季秉清 钟延强 徐允璋 陈绳林

新灭澳灵片是由板兰根、金银花、刺五加等五味中药制成的复方片剂。临床上用于治疗乙型肝炎和表面抗原阳性的健康带病毒者,取得满意效果⁽¹⁾。由于新灭澳灵片中成分复杂,目前尚无质量标准,本文采用双波长薄层扫描法测定新灭澳灵中靛玉红含量,以期建立新灭澳灵片的质量标准。该方法操作简便,结果可靠重现性较好。

实验部分

一、仪器与药品

岛津Cs-930双波长薄层扫描仪(日本);新灭澳灵片(长春208医院提供)涂铺器(自制);硅胶G(青岛海洋化工厂);靛玉红标准品(中国药品生物制品检定所提供)。

二、测定方法

1. 薄层板的制备:取硅胶G10g,加0.5%CMC溶液25ml,调成浆状,用薄层涂铺器制成厚度约为0.3mm的薄层板。室温阴干,105℃活化2小时,备用。

2. 展开剂:苯:乙醚:二乙胺(4:6:0.35)

3. 样品液制备:取新灭澳灵20片,剥去糖衣层,研成细粉,精密称取6片量,回流提取二次,每次20ml氯仿,每次提取20分钟,过滤,合并提取液,浓缩至1ml。

4. 扫描条件:采用双波长反射法锯齿扫描, $\lambda_1 = 540\text{nm}$ 、 $\lambda_2 = 700\text{nm}$, $S_x = 3$,扫描间距0.2mm,灵敏度:MED。

5. 标准曲线绘制:精密称取靛玉红标准品适量,用氯仿配制成浓度为18.85 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的标准液,精密吸取上述溶液2、4、6、8、10 μl 点样,展开约12cm,取出晾干、薄层扫描测定。以扫描积分面积(A)为纵座

标,靛玉红的微克数(y)为横座标作图,可得一直线,回归方程为:

$$y = -0.0132 + 1.54536 \times 10^{-5} A$$

$$r = 0.9990 \quad n = 3$$

6. 斑点稳定性试验:将标准品溶液和样品液点在硅胶板上,展开、测定不同时间斑点的峰面积值,测定值在2小时内稳定。

7. 样品的测定:按上述方法制备样品液,精密吸取样品液10 μl ,点样于硅胶薄层板上,展开,于CS-930薄层扫描仪上测定。由于在不同块的薄层板上点相同量的靛玉红溶液,展开后测得的数据,精密度较差,又因上述标准曲线不经过原点,故在样品测定中,采用外标二点法(two point external Standard)计算含量。测定结果见表1。

表1 新灭澳灵片中靛玉红含量*

批号	含量($\mu\text{g}/\text{片}$)	变异系数(%)
870901	0.5610 \pm 0.024	4.35
870101	1.1920 \pm 0.0468	3.93
870102	1.2614 \pm 0.0572	4.53

*n = 5

8. 回收率试验:精密称取已知靛玉红含量的新灭澳灵片粉末(约1.5g),加入一定量的靛玉红标准溶液,按样品测定法进行测定,按下式计算回收率:

$$\text{回收率}(\%) = \frac{\text{加样后样品测定值} - \text{样品测定值}}{\text{标准品加入量}}$$

$$\times 100\%$$

$$\text{回收率为: } 97.69\% \quad \text{变异系数CV}(\%) = 5.11$$

三、稳定性考查

将新灭澳灵的原包装,放入37℃,相对

湿度75%的调温调湿箱内三个月,测新灭澳灵片中靛玉红含量。结果见表2。

表2 新灭澳灵片中靛玉红含量*

	批 号		
	880607	880610	880612
放置前	1.56±0.186	1.43±0.138	1.63±0.147
放置后	1.46±0.145	1.46±0.235	1.47±0.085

* $\mu\text{g}/\text{片}$ $\bar{X} \pm \text{SD}$

上述结果表明,新灭澳灵片在37℃,相对湿度75%条件下,三个月内基本上是稳定的。

讨 论

1. 新灭澳灵片成分复杂,为保证测定准确,薄层分离完全十分重要。我们在薄层板的制备,展开剂的选择方面经多次实验后发现,以0.5%CMC溶液为粘合剂,苯:无水乙醇:二乙胺(4:6:0.33)为展开剂,分离效果良好。

2. 唐盈报道⁽²⁾薄层展开后需采取特

殊措施以保证靛玉红测定值的稳定,在本实验条件下薄层展开后,不采用任何措施,在2h内进行扫描测定,测定值稳定,操作简便。

3. 本实验结果表明,薄层扫描方法测定新灭澳灵片中靛玉红含量,结果可靠,重现性较好,可用于新灭澳灵片剂的质量控制。

参 考 文 献

1. 新灭澳灵片的研究 内部资料
2. 唐盈:药物分析杂志 1987; 7(1): 24~26

· 出版信息 ·

免费赠送《商业书讯》和新书预告

由中国商业出版社出版发行的《商谈书讯》第二期已出版,欢迎来函附寄写有邮政编码、详址、单位名称和收件人姓名的空信封1只(信封上贴足1元邮票)函到即寄。通讯地址: 邮码200020 上海市020—065 邮政信箱(出版社编委会马仲美)。

《商业书讯》图文并茂,内容丰富,文字通俗易懂,四开四版(不定期出版)。主要读者对象:商业工作者、工商企业、各行各业的企事业单位和职工,乡镇企业和个体经营者。雅俗共赏,无行业界限,工、农、兵、学、商和老少皆宜。第二期“书讯”的新书预告如下:

国际标准书号ISBN7-5044-0821-2/F·474《中国最佳信誉企业与名优产品荟萃》大型书,每年6月出版,8月发行,本书估价100元(含1册照相版、邮资和寄发包装费)。本书反映我国最近各地涌现出大批信誉企业和先进企业(含重合同守信用和各省市级先进企业、名优产品和国家一级二级企业),是我国企业界的典范。旨在吸引外资、沟通中外合作,促进中国产品进入国际市场。欲参加收录刊登入册的单位,可来函索取“国家出版登记表”,函到即寄。

国际标准书号ISBN7-5044-0822-0/TB·33《中国民间实用技术精选丛书》有11种分册:①各种经济动物人工养殖。②各种家畜家禽饲养及病防治方法。③人工饲养各种野生动物实用技术。④家庭工业实用技术与食用菌栽培技术。⑤各种经济作物栽培技术。⑥各种蔬菜瓜果栽培地膜覆盖和肉蛋粮贮藏保鲜法。⑦各种饮料与食品加工技术。⑧各种豆制品加工与制作技术。⑨化工与建材实用技术(短平快项目)。⑩节水净水应用技术问题。⑪民间祖传秘方验方。以上11种为套书不单供,每套书预收款180元(含10%邮资和寄书包装费)。均为1991年7月出版,8月发行。欢迎来函索取征订书单,函到即寄。

信函请寄: 邮码200020上海市020—065邮政信箱(出版社编委会)

接待办公: 上海市兰坪路160号(科技馆202室) 此处不受理汇款信函

联系人: 南山 马仲美

(中国商业出版社)