

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.四物汤口服液中药药甙的含量测定.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

了一种可靠的方法。

一、药品、试剂与仪器

伤湿止痛膏 沈阳管城制药厂。

硫酸阿托品 中国医药公司上海药品采购站。

乙醇、氯仿、丙酮 均为分析纯。

UV120-02 分光光度计 日本岛津。

二、方法可行性研究

以氯仿-乙醇-丙酮-氨水(70:15:10:2)为展开剂用TLC法将伤湿止痛膏中阿托品和其它成分分离,分别用10ml pH6.0的醋酸-醋酸钠缓冲液洗脱。洗脱液置预先精密加入CHCl₃10ml的分液漏斗中,加溴甲酚绿试液2.0ml,振摇提取2min,静置分层。取CHCl₃液层在400~430nm范围内以氯仿为空白测吸收度,绘制吸收曲线,如图1所示。

由图可见,伤湿止痛膏中除阿托品以外的其它成分在400nm~420nm范围内吸收度小且近于一条直线,故在405nm与420nm处用双波长法可有效消除其它成分对阿托

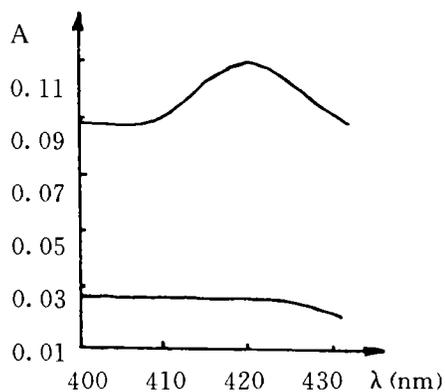


图1 伤湿止痛膏中阿托品及其它成分的吸收曲线

I 阿托品 II 除阿托品以外的其它成分

品测定的干扰。

三、标准曲线绘制

精密配制下列浓度的硫酸阿托品溶液(溶剂为pH6.0醋酸-钠缓冲液): 0.0400, 0.0200, 0.0100, 0.0050, 0.0025, 0.00125mg/ml。分别取10ml照(二)项下的方法,自“置预先精密加入CHCl₃10ml……”起操作。在405nm与420nm处以氯仿为空白分别测其吸收度。浓度-吸收度呈线性关系,回归方程为:

$$C = -6.4 \times 10^{-4} + 0.231\Delta A, r = 0.9991$$

四、回收率试验

精密称取硫酸阿托品,配制水溶液使其浓度在线性关系范围以内。分别取配就水溶液10ml。照(二)项下的方法,自“置预先精密加入CHCl₃10ml的……”起操作,在405nm与420nm处以氯仿为空白分别测其吸收度,将 ΔA 代入回归方程计算,平均回收率为101.1%,结果见表1;加样回收率为101.3%,结果见表2。

取伤湿止痛膏1片,加50ml pH6.0的醋酸-醋酸钠缓冲液浸泡24小时。取浸泡液10ml照(二)项下的方法,自“置预先精密加

表1 硫酸阿托品回收率实验结果

编号	投入量 (mg/ml)	测得量 (mg/ml)	回收率 (%)
1	0.03047	0.03106	101.9
2	0.01764	0.01773	100.5
3	0.01013	0.01005	99.2
4	0.00875	0.00891	101.8
5	0.00568	0.00581	102.3

表2 硫酸阿托品加样回收率实验结果

投入量(mg/ml)	投入前(mg/ml)	投入后(mg/ml)	测得值(mg/ml)	加样回收率(%)
0.01043	0.00236	0.01290	0.01051	101.1
0.00761	0.00238	0.00997	0.00759	99.7
0.00484	0.00237	0.00736	0.00499	103.1

入 CHCl_3 10ml 的“…”起操作, 在 405nm 与 420nm 处以氯仿为空白测其吸收度 A。将 ΔA 代入回方归程, 结果见表 3。

六、讨论

1. 按药典定性检出阿托品的方法, 阿托品含量为 0.065mg/片即可检出。而本实验结果表明, 每片伤湿止痛膏含阿托品的量在 0.118mg 左右, 大大高于 0.065mg, 因此很有必要对阿托品定量以利于伤湿止痛膏的质量控制。

2. 本法操作简单, 重复性好, 可用于伤

表 3 伤湿止痛膏中阿托品的含量测定*

样品编号	1	2	3	4	5
阿托品含量(mg/片)	0.118	0.117	0.120	0.118	0.119

* 伤湿止痛膏中阿托品含量以硫酸阿托品计

湿止痛膏生产过程及成品质控。

参考文献

- [1] 中国药典·1990 年版·一部:430;二部:701
- [2] 顾哲明, 周光春, 及元乔. 橡皮膏剂中阿托品检出法的改进. 药物分析杂志, 1992;12(2):112

镇脑宁胶囊引起水肿 1 例

靳 呈 李复发 王 慧

(解放军第 151 医院 安阳 455000)

镇脑宁胶囊是近年来推出的治疗血管神经性头痛的新药, 其说明书上指明该药“由 9 种天然药物配方组成”。有关其不良反应至今未见文献, 现将所见 1 例报道如下。

病例 患者女性, 52 岁, 1994 年 12 月 21 日因头痛发作服用镇脑宁胶囊(中国通化东宝药业股份有限公司生产, 批号 940624) 4 粒, 每日 3 次。第 3 日晨发现面部及四肢水肿, 进而波及全身, 第 4 日来医院就诊。检查: 心肺功能正常; 体温、脉搏、血压均正常; 肾功能检查(一)。疑为服用镇脑宁胶囊所致, 嘱

停药该药, 于停药 5 天后患者水肿症状消失, 其间未采取任何治疗措施。5 周后, 患者再次服用镇脑宁胶囊, 剂量同前, 第 3 天又出现面部及四肢水肿症状, 停药后症状自行缓解。

讨论 患者有血管神经性头痛史 20 年, 长期服用索米痛片, 此次服药期间未曾服用索米痛片, 患者以往也未见水肿现象发生。第 1 次用镇脑宁水肿愈后, 间隔 5 周第 2 次用药后又出现相同水肿症状, 停药后又自行消失, 故证实此症确因服用镇脑宁胶囊所致, 值得在其他用药病例继续观察。