

## • 药物分析 •

## 速效枣仁安神胶囊中左旋延胡索乙素的定性鉴别及含量测定

罗东 代青 管明银<sup>1</sup>(第三军医大学西南医院药剂科 重庆 400038; <sup>1</sup>贵阳中医学院实习生 贵阳 550002)

**摘要** 目的:对速效枣仁安神胶囊中的左旋延胡索乙素进行定性、定量测定。方法:采用薄层层析法对其进行定性鉴别,用双波长薄层扫描法测定其含量。结果:左旋延胡索乙素在 0.93~4.65 $\mu$ g 之间线性关系良好,其相关系数  $r=0.9996$  ( $n=3$ ),平均回收率为 100.14%,RSD 为 3.33%。结论:该方法快速、准确、灵敏。

**关键词** 速效枣仁安神胶囊;左旋延胡索乙素,定性鉴别;含量测定

## Identification and determination of 1-tetrahydropalmatine of suxiao zaoren anshen capsules

Luo Dong, Dai Qing, Guan Mingyin (Department of Pharmacy, Southwest Hospital, Third Military Medical University, Chongqing 400038)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To study identification and determination of 1-tetrahydropalmatine of suxiao zaoren anshen capsules. **METHODS:** TLC was used to identify the 1-Tetrahydropalmatine of Suxiao Zaoren Anshen Capsules, and the 1-Tetrahydropalmatine was determined by Dual-wavelength TLC scanning. **RESULTS:** There was a good linearity ranging from 0.93 to 4.65 $\mu$ g of 1-Tetrahydropalmatine ( $r=0.9996$ ,  $n=3$ ). The average recovery was 100.14% and RSD was 3.33%. **CONCLUSION:** This method is rapid, accurate and sensitive.

**KEY WORDS** 1-Tetrahydropalmatine, identification, determination

速效枣仁安神胶囊为重庆中药厂生产的中药制剂,由左旋延胡索乙素、酸枣仁提取物等组成,具有镇静、催眠的作用,临床主要用于治疗失眠、多梦、心悸等。该制剂中的左旋延胡索乙素为中药罂粟科植物延胡索(*Corydalis yamhusuo* W. T. Wang)有效成分延胡索乙素的左旋体。我国学者曾详细研究其药理作用,表明具有镇痛、镇静、安定及催眠作用。该药的质量标准较简单,有报道用紫外分光光度法对速效枣仁安神胶囊中左旋延胡索乙素进行含量测定,但样品处理较繁琐<sup>[1]</sup>。为了更好地控制该药的内在质量,本实验采用薄层层析法对制剂中的左旋延胡索乙素进行定性鉴别,用双波长薄层扫描法测定其含量,该方法简便,样品用量少,重现性

好,结果准确满意。

### 1 仪器和材料

#### 1.1 仪器

日本岛津 CS-9000 型双波长薄层扫描仪;定量点样毛细管(Drummond Sci Co 美国);PBQ-I 型薄层自动铺板器附 HJQ-A 型混浆器(重庆南岸新力电器厂);H66025 超声波清洗机(无锡市超声电子设备厂);TDX 高速离心机(美国雅培公司)。

#### 1.2 试药

速效枣仁安神胶囊(重庆中药厂提供);左旋延胡索乙素对照品(重庆中药厂提供经精制而得);硅胶 G(青岛海洋化工厂);所用试剂均为分析纯。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 左旋延胡索乙素的定性鉴别

**2.1.1 对照品液制备** 取左旋延胡索乙素对照品适量,用无水乙醇溶解,得含一定量的左旋延胡索乙素对照品溶液。

**2.1.2 样品液的制备** 取速效枣仁安神胶囊 2g,置三角烧杯中,加无水乙醇适量,超声处理 20min,过滤,滤液作为供试品溶液,备用。

另取不含左旋延胡索乙素的速效枣仁安神胶囊的阴性样品 2g,按供试液的制备方法制成阴性对照品溶液。

**2.1.3 薄层层析** 取上述左旋延胡索乙素对照品液,供试品溶液及阴性对照品溶液分别点样于同一块硅胶 G 板上,饱和 15min,以正庚烷-醋酸乙酯-浓氨试液(6:4:0.2)为展开剂,上行展开 10cm,取出薄层板挥干,喷以稀碘化铋钾溶液显色,可观察到供试品溶液与左旋延胡索乙素对照品液在相应的位置显相同的橙红色斑点,而阴性对照液无左旋延胡索乙素的特征斑点。

### 2.2 左旋延胡索乙素的含量测定

**2.2.1 对照品溶液的制备** 精密称取经五氧化二磷干燥至恒重的左旋延胡索乙素对照品 93mg 于 100ml 量瓶中,加无水乙醇溶解稀释至刻度,摇匀,配成 0.93mg/ml 的对照品溶液备用。

表 1 左旋延胡索乙素薄层回收率的试验结果( $n=4$ )

编号	投入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.741	0.764	103.10		
2	0.778	0.750	96.52	100.14	3.33
3	0.750	0.756	100.80		

**2.2.2 样品的测定** 准确称取样品适量,按样品溶液项下配制,分别吸取左旋延胡索乙素对照品液 2.0、4.0 $\mu$ l 及样品液 4.0 $\mu$ l 交叉点于同一薄层板上,依法展开,定位后测定,结果见表 2。

表 2 样品中左旋延胡索乙素含量测定结果( $n=4$ )

批号	百分标示量(%)
960409	100.01
960601	97.27
961015	98.79

**2.2.2 样品溶液的配制** 取速效枣仁安神胶囊 10 粒,倾出内容物,研磨混匀,精密称量约 100mg,置 100ml 量瓶中,加无水乙醇适量,超声处理 20min,再加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,取上清液 1ml,离心 5min(13000rpm/min),倾出上清液作为样品溶液备用。

**2.2.3 扫描波长的选择** 将左旋延胡索乙素对照品及样品液点于同一薄层板上,展开,晾干,紫外灯下(254nm)观察定位,用 CS-9000 薄层扫描仪对左旋延胡索乙素斑点在 200~370nm 处扫描,结果二者均在 280nm 左右有最大吸收,350nm 处为最小吸收,故确定  $\lambda_s=280\text{nm}$ ,  $\lambda_R=350\text{nm}$ ,反射法锯齿扫描,线性参数  $SX=3$ 。

**2.2.4 标准曲线的绘制** 精确称取左旋延胡索乙素对照液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 $\mu$ l 点于同一块薄层板上,按拟定方法展开,晾干,紫外灯下(254nm)观察定位,按上述薄层条件测定,以对照品点样量  $C$  为横坐标,斑点峰面积积分值  $A$  为纵坐标绘制标准曲线,左旋延胡索乙素在 0.93~4.65 $\mu$ g 之间线性关系良好,回归方程为

$$A = 3257.3C + 18625.01, r = 0.9996 (n = 3)$$

**2.2.5 回收率试验** 精密称取干燥至恒重的左旋延胡索乙素对照品适量,加入到一定量的阴性样品中,按样品溶液项下配制,点样,展开,测定,计算回收率,结果见表 1。

### 2.3 稳定性考察

吸取对照品液 2.0、4.0 $\mu$ l 点于薄层板上,依法展开,扫描测定,每隔 30min 测定 1 次。结果表明左旋延胡索乙素斑点的荧光在 2h 内基本稳定,  $RSD=1.49\%$ 。

### 2.4 精密度的考察

**仪器精密度** 对薄层板上的同一斑点依法测定 10 次,峰面积为  $X=2891.53$ ,  $RSD=2.04\%$ ,表明仪器精密度较好。

**同板精密度** 吸取对照品液在同一薄层板

上点相同量的 5 个点, 依法测定峰面积, 其  $RSD = 3.27\%$ 。

### 3 讨论

**3.1** 本实验用无水乙醇直接提取左旋延胡索乙素, 经超声处理, 离心后直接点样, 避免用滤纸过滤引起误差, 使操作简便, 测定更准确。

**3.2** 本实验在进行含量测定时, 层析展开后不经显色直接定位测定左旋延胡索乙素的含量,

避免了斑点显色后, 色泽不稳定影响测定结果, 具有简便、快速、灵敏度高、重现性好等优点, 适用于含左旋延胡索乙素制剂中左旋延胡索乙素的测定。

#### 参考文献

- 1 岑彬, 刘毅, 何忠东. 速效枣仁安神胶囊中左旋延胡索乙素的含量测定. 中国中药杂志, 1990, 15(3): 36

(收稿: 1998-11-12)

## 旋光法测定注射用头孢曲松钠的含量

金 镭 王晓玲 李玉兰<sup>1</sup>(深圳市人民医院药学部 深圳 518020; <sup>1</sup>深圳市药品检验所 深圳 518029)

**摘要** 目的: 建立注射用头孢曲松钠的含量测定方法。方法: 以水、乙醇为混合溶剂, 用旋光法测定注射用头孢曲松钠的含量。结果: 平均回收率 99.94%,  $RSD = 0.47\%$ , 线性范围 5~25mg/ml。结论: 本法简便、快速、准确, 适于该制剂的含量测定。

**关键词** 旋光法; 头孢曲松钠; 含量测定

## Determination of ceftriaxone sodium for injection by polarimeter

Jin Lei, Wang Xiaoling, Li Yulan<sup>1</sup> (Department of Pharmacy, Shenzhen Peoples Hospital, Shenzhen 518020; <sup>1</sup>Shenzhen Institute for Drug Control, Shenzhen 518029)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To establish an accurate method for the determination of ceftriaxone sodium for injection. **METHODS:** To determinate the content of ceftriaxone sodium for injection by polarimeter. **RESULTS:** The recovery was 99.94%. The relative standard deviation was 0.47%. The linear range was 5~25mg/ml. **CONCLUSION:** The method was convenient, rapid, accurate and suitable as assay of the preparation.

**KEY WORDS** potarmetar, ceftriaxone sodium for injection, determination

头孢曲松钠(头孢三嗪钠, 菌必治)为长效、广谱头孢菌素, 适用于敏感菌引起的各种感染, 具有很强的杀菌作用, 口服吸收差, 可用于静注/静滴/肌注。制剂有注射用头孢曲松钠, 其含量测定法常用高效液相色谱法<sup>[1]</sup>。根据头孢曲松钠具有旋光性的特点, 本文试用旋光法测定头孢曲松钠的含量, 该法未见文献报道, 其操作简便、快速、准确。

### 1 仪器试剂与药品

**1.1 仪器** PERKIN-ELMER241 型旋光仪(美国); Waters 高效液相色谱仪(美国)。

**1.2 药品** 头孢曲松钠对照品由珠海丽珠制药厂提供, 含量为 81.5%; 注射用头孢曲松钠由三九集团深圳九新药业有限公司提供。

**1.3 试剂** 乙醇为分析纯

### 2 方法与结果

**2.1 回归方程的建立**

精密称取头孢曲松钠对照品 0.153, 0.307,