

# 薄层扫描法测定妇炎灵胶囊中蛇床子素的含量

戴明宽 宋 辉 包凌霄 陈为飞<sup>1</sup>(台州 317000 浙江台州市药品检验所;<sup>1</sup>台州 317000 台州制药厂)

妇炎灵为妇科阴道用药。收载于《浙江省药品标准 1993 年版》内,本品内含蛇床子、紫珠叶、苦参、仙鹤草、百部等中药,蛇床子素(Osthole)为其有效成分之一,具广谱抗菌作用,为治疗阴道滴虫的有效成分。为控制制剂的质量,用薄层扫描法测定了蛇床子素的含量。

## 1 仪器与试剂

CS-9000 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),手工涂布器(陕西前进机械厂),定量毛细管(美国 Drummond 公司),硅胶 G(青岛海洋化工厂)。试剂:分析纯,蛇床子素(中国药品生物制品检定所)。

## 2 薄层色谱

2.1 薄层板制备:硅胶 G 与 1% CMC-Na 溶液(1:3)(g/ml)混合,用手工涂布器制成厚 0.3mm,10cm × 20cm 的薄层板,室温晾干,110℃活化 0.5h,备用。

2.2 层析条件的选择:取蛇床子素对照溶液与供试品溶液各 4 $\mu$ l,分别点于同一薄层板上,用苯-醋酸乙酯(9:1)和苯-醋酸乙酯(30:1)二组展开剂分别上行展开 12cm,晾干,置紫外光灯(365nm)下观察,结果以苯-醋酸乙酯(9:1)为展开剂的层析效果佳,待测组分斑点与

其它成分斑点完全分开,蛇床子素色谱与供试品色谱相应位置上同时呈现一个清晰的紫色荧光斑点。R<sub>f</sub> 值为 0.78 ± 0.02(n = 7)。

2.3 阴性样品对照试验:称取不含蛇床子的妇炎灵处方量的其它药材,按标准工艺制备得阴性对照样品,并按供试品溶液同法制得阴性对照溶液。将阴性对照溶液与蛇床子素对照品溶液和供试品溶液分别点于同一薄层板上,按 2.2 层析条件展开,结果阴性对照品色谱中在与蛇床子素对照品色谱相应位置上不呈现斑点。说明用本法测定蛇床子素无其它成分干扰。

2.4 扫描条件及有关参数的确定:对照品斑点在紫外区(200 ~ 370nm)光谱扫描,其最大吸收波长为 322nm,测定波长  $\lambda = 322\text{nm}$ 。扫描方式:单波长反射法锯齿扫描,光源氙灯,线性参数 SX = 3,振幅 10,数据积累 1,背景校正消除数 = 8。

## 3 线性范围试验

精密称取蛇床子素 5.0mg,加无水乙醇 10ml 量瓶中定容。精密吸取 1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0 $\mu$ l 对照溶液,点于同一块薄层板上,按上述条件层析,测定。

结果如表 1,以点样量为横坐标,峰面积积分为纵坐标绘制标准曲线,回归方程为:  $Y = 7.6866 \times 10^4 x + 44243$ ,  $r = 0.9990$  ( $n = 3$ ),蛇床子素在  $0.5 \sim 3.0 \mu\text{g}$  范围内呈线性关系。

表 1 对照品点样量与峰面积相关值

序号	浓度( $\mu\text{g}$ )	峰面积	序号	浓度( $\mu\text{g}$ )	峰面积
1	0.5	78716.5	4	2.0	198571.0
2	1.0	124659.0	5	2.5	232121.0
3	1.5	162438.1	6	3.0	276042.9

#### 4 稳定性试验

精密吸取对照溶液  $2 \mu\text{l}$ ,于薄层板上,层析,置扫描仪上测定峰面积积分值,每隔  $0.5 \text{h}$  测定一次,结果表明斑点  $4 \text{h}$  内峰面积积分值稳定,  $RSD = 0.4\%$  ( $n = 8$ )。

#### 5 精密度试验

在同一薄层板上点 6 个相同量( $2 \mu\text{l}$ )的蛇床子素对照品液,展开,定位后,以上述所选择条件测定并计算出蛇床子素量。结果斑点序号 1,2,3,4,5,6 的峰面积分别为 125963.5, 123438.2, 125558.1, 124183.5, 126436.7, 122845.0,  $RSD = 1.17\%$ 。

#### 6 样品含量测定

以妇炎灵胶囊 10 粒,倾取内容物精密称定,混匀,取本品适量(相当于 3 粒量),精密称定,置  $10 \text{ml}$  量瓶中,加无水乙醇至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液作为供试品溶液,精密吸取供试品溶液  $4 \mu\text{l}$  和对照

品溶液  $2, 4 \mu\text{l}$  分别点于同一块薄层板上,层析,测定,用外标两点法计算供试品含量,测定结果见表 2。

表 2 不同批号蛇床子素含量测定结果

批号	含量( $\text{mg/g}$ )					平均含量( $\text{mg/g}$ )	RSD (%)
960330	3.86	3.98	3.87	4.01	4.04	3.95	2.08
960332	4.64	4.45	4.67	4.49	4.65	4.58	2.23
960403	4.26	4.41	4.37	4.43	4.28	4.35	1.76

#### 7 回收率试验

取已测知含量的样品 4 份,加入一定量的蛇床子素对照品,按照样品含量的测定方法测定,结果见表 3。

表 3 加样回收率测定结果

样品量(g)	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得总量(mg)	回收率(%)
1.2559	5.752	1.0	6.741	98.9
1.2628	4.988	2.0	6.950	98.1
1.2507	4.802	4.0	8.694	97.3
1.2513	4.805	6.0	10.674	97.8

平均回收率:  $98.03\%$ ,  $RSD = 0.68\%$ 。

#### 8 讨论

本品为妇科阴道用药,其中蛇床子素是治疗阴道滴虫的有效成分,原标准中未制定含量测定。本文建立了该成药中蛇床子素的含量测定,为控制其质量提供了有效方法。方法简便可行,结果准确精密。