

- 2 燕书琴,陈裕湘.抢救氨气中毒 36 例[J].人民军医,2002,45(3): 21-22.
- 4 贾亚宁.氨气中毒 16 例救治体会[J].河北医药,2008,36(7):35-36.
- 3 陈映宏.急性氨气中毒的胸部 X 线表现附 10 例报告[J].浙江临床医学,2004,6(7):17-19. [收稿日期 2009-08-17][本文编辑 刘京虹 韦 颖(见习)]

经验交流

薄层-紫外分光光度法对克泻灵胶囊总生物碱中
槐果碱含量测定的效果分析

梁秀群

作者单位: 530011 南宁,广西中医学院附属瑞康医院

作者简介: 梁秀群(1964-),女,主管药师,研究方向:医院药学与合理用药。E-mail:liang_dan_8@126.com

[摘要] 目的 测定克泻灵胶囊总生物碱中槐果碱的含量。方法 以苯-丙酮-乙酸乙酯-甲醇(7:3:3:0.5)为展开剂,在氨水饱和的碱性环境中,于硅胶 GF₂₅₄薄层板上分离槐果碱。荧光下定位,采用紫外分光光度法进行含量测定。结果 槐果碱在 2.16~10.8 μg/ml($r=0.9999$)范围内线性关系良好,提取回收效率为 98.2%,RSD 为 0.57%($n=5$)。结论 本法测定结果可靠、准确、重现性好,可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 克泻灵胶囊; 苦豆草总生物碱; 槐果碱; 薄层层析; 紫外光光度法

[中图分类号] R 914.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1674-3806(2010)02-0179-03

doi:10.3969/j.issn.1674-3806.2010.02.32

Content determination of sophocarpine of kexieling capsule by TLC-UV LIANG Xiu-qun. Ruikang Hospital, Guangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanning 530011, China

[Abstract] **Objective** To determine content of sophocarpine of kexieling capsule. **Methods** Developing agent was benzene-acetone-acetoacetate-acetoacetate (7:3:3:0.5) and was saturated with aqueous ammonia, segregating sophocarpine using GF₂₅₄ thin layer plate. Content of sophocarpine was determined by UV and located by fluorescence. **Results** There was a good linear relationship of sophocarpine in the range of 2.16~10.8 μg/ml ($r=0.9999$). The extraction recovery was 98.2%, RSD% was 0.57% ($n=5$). **Conclusion** The proposed method was simple, rapid, accurate and reliable, and can be used for content determination of sophocarpine.

[Key words] Kexieling capsule; Sophora alopecurides total alkaloids; Sophocarpine; TLC; UV

克泻灵胶囊是由苦豆草(sophora alopecurides)总生物碱为原料制成的胶囊剂,其化学成分主要由槐定碱(sophoridine)、苦参碱(matrine)、槐果碱(sophocarpine)、苦豆碱(aloperpine)、槐安碱(sophoramine)、金雀花碱(cytisine)、氧化苦参碱(oxymatrine)、氧化槐果碱(oxysophocarpine)等八种主要生物碱和具有苦豆碱型和苦参碱型生物碱结构特点的两个未知新生物碱^[1,2]。其中槐果碱含量较高,且为苦豆草总生物碱中抗菌作用的主要药效成分。有关含量测定方法报道很多,有用双波长薄层扫描法^[3]、高效液相层析法及薄层密度法^[4]等。本文采用薄层-紫外分光光度法对苦豆草生物碱中槐果碱含量测定的效果进行分析,现将结果报告如下。

1 仪器与试剂

UV-265 型自动记录分光光度计(日本岛津公司);微量

进样器(南京奥仪佳科学仪器有限公司);克泻灵胶囊(广西源安堂制药厂);槐果碱(中国药品生物制品检定所);硅胶 GF₂₅₄(北京恒业中远化工有限公司);其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 精密称取槐果碱 5.4 g,置于 5 ml 量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备 取装量差异项下的内容物,研细,混合均匀,精密称取适量(约为 0.7 g),置于索氏提取器中,加乙醇 30 ml,浸泡 1 h,再加入乙醇 30 ml,加热、回流 3 h,提取液置于水浴上蒸干,残渣加乙醇溶解、过滤、洗涤,并完全转移入 10 ml 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.3 测定波长及展开剂的选择 配制一定浓度的槐果碱在

200~700 nm 间进行紫外可见光扫描(见图 1),由图中结果可知在 206 nm 槐果碱有最大紫外吸收。采用硅胶 GF₂₅₄ 薄层板,用苯-丙酮-乙酸乙酯-甲醇(7:3:3:0.5)在氨水饱和的碱性环境中展开,在 254 nm 紫外灯下定位(见图 2),由

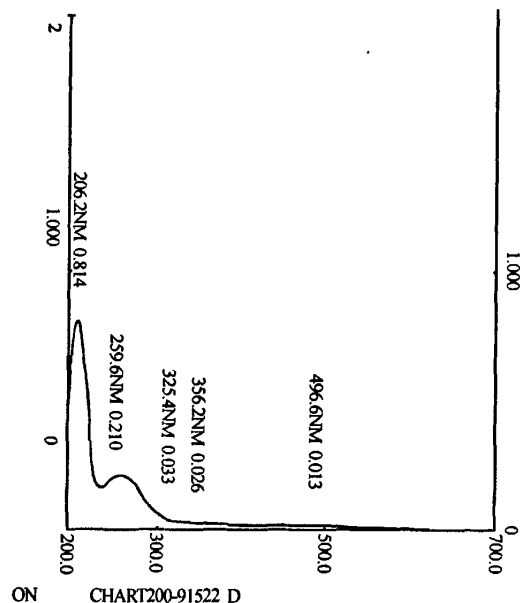


图 1 槐果碱紫外扫描图

图中结果可知在此展开条件下可以使总生物碱中槐果碱与其它生物碱较好分离,且斑点无拖尾及前沿现象,可用此展开剂作为分离条件。

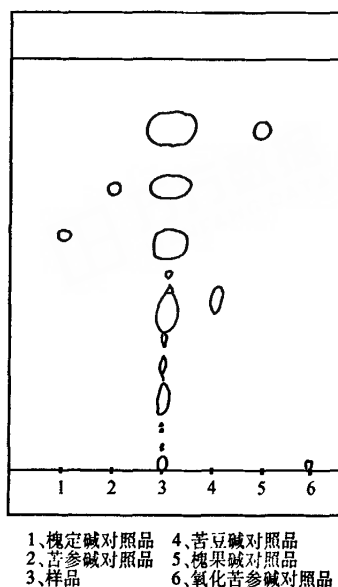


图 2 薄层色谱结果

2.4 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 20.00、40.00、60.00、80.00、100.00 μl , 分别置于 10 ml 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀。照 2.8 项下方法测定,以吸收度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。结果表明槐果碱在 2.16~10.8 $\mu\text{g/ml}$ 之间具有良好的线性关系,回归方程为: $y = 0.0258x + 0.0044x$, $r = 0.9999$ 。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 60.00 μl 置于 10

ml 量瓶中,加乙醇稀释至刻度,摇匀配成 6.48 $\mu\text{g/ml}$ 的浓度。照 2.8 项下方法重复测定 6 次,结果 $\text{RSD}(\%) = 0.5\%$ ($n = 6$)。

2.6 提取回收率试验 准确称取已测定含量的样品 5 份,加入一定量的标准品,按 2.2 项下方法制备样品、2.8 项下方法测定含量。结果见表 1。

表 1 提取回收率试验结果($n = 5$)

序 号	样品原有量(μg)	加入对照品量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD(%)
1	46.24	37.50	82.95	97.9	98.2	0.57
2	46.60	37.50	82.93	96.9		
3	44.67	37.50	81.76	98.9		
4	44.52	37.50	81.72	99.2		
5	44.78	37.50	81.61	98.2		

2.7 稳定性试验 以一定浓度的槐果碱乙醇溶液按 2.8 项下方法测定。每隔半小时测定一次,结果表明槐果碱乙醇溶液在 1.5 h 内稳定。

2.8 含量测定 依照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 31 页),精密吸取供试品 50 μl ,点于羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,并在同一薄层板上点 10 μl 槐果碱对照品溶液作为对照,在层析缸内放一小杯氨水,在碱性环境下以苯-丙酮-乙酸乙酯-甲醇(7:3:3:0.5)为展开剂,展开、取出、晾干,置于 254 nm 紫外光灯下定位。刮取与

槐果碱对照品相对应的供试品斑点,并与供试品相应位置,同样面积的硅胶薄层作空白,以乙醇洗涤、滤过,转移入 10 ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,照分光光度法(中国药典 2005 年版一部附录 28 页)在 206 nm 波长处测定吸收度,根据标准曲线计算出供试品中槐果碱的含量,共测定 3 批样品,每批样品制备 5 份供试品,测定结果见表 2。从表 2 中结果可知测得克泻灵胶囊总生物碱中含槐果碱($\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}$)均不少于 15.0%; $\text{RSD}(\%)$ 均不超过 2.0%。

表 2 克泻灵胶囊总生物碱中槐果碱含量

批号	槐果碱(%)					$\bar{x} \pm s$	RSD(%)
	1	2	3	4	5		
950109	15.69	16.15	15.59	15.45	16.15	15.81 $\pm$ 0.3254	2.0
950114	19.65	19.69	18.94	19.55	19.27	19.42 $\pm$ 0.3149	1.6
950117	21.13	21.37	20.84	21.55	20.89	21.16 $\pm$ 0.3051	1.4

3 讨论

3.1 槐果碱在乙醇中溶解性较好,本试验采用乙醇提取供试品,经测定提取的较完全,提取回收率可达到 98.2%。

3.2 槐果碱乙醇液在 200 ~ 700 nm 间扫描,在 (206 $\pm$ 1) nm 处有最大吸收,故本研究选用 206 nm 作为测定波长。

3.3 本法测定结果准确,重现性和回收率也较满意,RSD(%)满足测定要求。因此可做为克泻灵胶囊苦豆草总生物碱中槐果碱的含量测定方法。但槐果碱乙醇溶液稳定时间较短,测定时必须迅速操作。本法分离效果满意,仪器要求也不太高,便于推广使用,适用于基层单位检验测定。本试验同时测定了 3 批克泻灵胶囊的槐果碱含量,结果每粒含量

均不少于 15.0%。

参考文献

- 1 仲仁山主编. 苦豆子的研究及其应用[M]. 银川:宁夏人民出版社,1983:5.
 - 2 赵博光. 苦豆草生物碱的研究[J]. 药学报. 1980,15(3):182.
 - 3 齐宗韶,王忠效,韩进. 高效薄层扫描法测定苦豆子中生物碱含量[J]. 中草药,1989,20(11):15-16.
 - 4 崔建芳,章观德,王慕邹. 苦参与苦豆子中生物碱的高效液相色谱法与薄层光密度法测定[J]. 药学报,1985,20(1):59-65.
- [收稿日期 2009-09-09][本文编辑 刘京虹 吕文娟(见习)]

经验交流

巴马地区 120 名长寿老人的心电图分析

史文, 梁积英, 吕泽平, 胡才有, 李维

作者单位: 530021 南宁,广西壮族自治区江滨医院

作者简介: 史文(1960-),女,大学本科,副主任医师,研究方向:老年心血管内科疾病诊治。E-mail:704684240@qq.com

通讯作者: 梁积英(1949-),女,大学,主任医师,研究方向:心血管内科及老年疾病诊治。E-mail:jbliangjy@163.com

[摘要] 目的 了解巴马地区长寿老人心电图的特点,提高长寿老人心脏疾病的诊治水平。方法 采用 6511 型单导心电图机对 120 例(共 157 例次)90 ~ 113 岁老年人进行床边常规 12 导联描记。结果 发现异常心电图 78 例,占总数 65.00%,其中两项异常 38 例,占总数 31.66%。结论 长寿老人中以 ST-T 改变位居第一,其余依次为房性早搏、左室高电压、室性早搏。

[关键词] 长寿老人; 心电图; 分析

[中图分类号] R 540.4 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1674-3806(2010)02-0181-03

doi:10.3969/j.issn.1674-3806.2010.02.33

Analysis of electrocardiogram in 120 longevity elderly in Bama area SHI Wen, LIANG Ji-ying, LU Ze-ping, et al. The Jiangbin Hospital of Guangxi Zhuang Autonomous Region, Nanning 530021, China

[Abstract] **Objective** To study the features of electrocardiogram (ECG) in the longevity elderly in Bama area, in order to improve the level of diagnosis and treatment of the elderly' heart-disease. **Methods** Bedside routine the 12-lead ECG in 120 longevity elderly, age 90 to 113 years, were examined by the 6511 single-lead ECG machine. **Results** The abnormal ECG were found in 78 cases, accounted for 65%, of them two abnormal were found in 38 cases, accounted for 31.66%. **Conclusion** In abnormal ECG in the longevity elderly, the ST-T change ranks in the first position, followed successively by atrial premature beats, left ventricular high voltage and ventricular premature