

双波长薄层扫描法测定抗病毒口服液

中菝葜皂甙元的含量

沈阳药学院植化教研室(110015) 张国刚* 徐绛绪 周 密 王喆星 董淑华

摘要 用双波长薄层扫描法对市售各厂家生产的抗病毒口服液中菝葜皂甙元进行了含量测定。加样回收率为102.8%，相关系数 $r=0.9997$ ， $CV=3.7\%$ 。本法可控制抗病毒口服液的质量。

关键词 抗病毒口服液 菝葜皂甙元 双波长薄层扫描法

抗病毒口服液是由知母、板蓝根、藿香等9味中药制成的中药制剂，用于治疗病毒感染引起的疾病。知母是清热泻火之要药，具有清热泻火滋阴润燥之功，能反映抗病毒口服液的药效。知母的主要有效成分为知母皂甙，其中甙元部分菝葜皂甙元，近来药理实验证明是清热滋阴的主要有效成分。因此，我们采用双波长薄层扫描法对抗病毒口服液中菝葜皂甙元的含量进行了测定[孙文基，中国中药杂志，1989，14(9)：34]。

1 仪器与试剂

岛津CS-930型双波长薄层扫描仪，微量毛细管(1~10 μ l)，抗病毒口服液(市售)，菝葜皂甙元对照品(中国药品生物制品检定所)，8%香草醛乙醇液-3%高氯酸乙醇液(1:1)。

2 薄层层析及扫描条件

薄层板：硅胶G加0.5%羧甲基纤维素钠液，湿法制板，105℃活化30min，板厚0.3mm。

展开剂为正己烷-丙酮(8:2)，展距15cm；显色剂为8%香草醛-3%高氯酸乙醇液(1:1)；扫描方式为双波长反射式锯齿扫描， $\lambda_s=445\text{nm}$ ， $\lambda_R=650\text{nm}$ 。

扫描波长的选择：将菝葜皂甙元对照品配成一定浓度的溶液，点样，层析，晾干，显色后，用扫描仪对斑点从370~700nm扫描，得一吸收曲线(图)。菝葜皂甙元最大吸收波长为445nm，故选择 $\lambda_s=445\text{nm}$ ， $\lambda_R=650\text{nm}$ 。

3 测定方法的原理

知母皂甙经酸水解，生成菝葜皂甙元，皂甙元部分经薄层分离，显色，可用薄层扫描法测定其含量[孙毓庆，薄层扫描法及其在药物分析中的应用，人民卫生出版社，1990，10]。

4 含量测定

4.1 标准曲线的绘制：精密称取一定量的菝葜皂甙元对照品，用氯仿配制成浓度为1mg/ml的对照品溶液。分别吸取1、4、

6、8、10 μ l点于同一薄层板上，上行展开

15cm取出，晾干，以8%香草醛-3%高氯酸乙醇液(1:1)试液显色，立即上机扫描，测得积分值。求出菝葜皂甙元斑点的积分值与点样量的回归方程式为 $Y=32187.47X-810.59$ ， $r=0.9997$ ，结果说明：在点样量范围内样品量与积分值呈线性关系。但工作曲线不过原点，所以采用外算二点法定量。

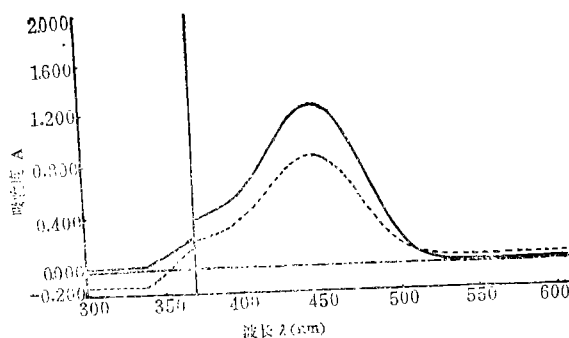


图 菝葜皂甙元吸收曲线

*Address: Zhang Guogang, Shenyang College of Pharmacy, Shenyang

3 讨论

本文结果表明,补方水煎液可清除·OH,抑制大鼠肝匀浆脂质过氧化,缓解·OH 诱发的透明质酸解聚和胶原蛋白交联。

自由基损伤是衰老的重要起因之一,它引发胶原蛋白交联、脂质过氧化等改变是老年期心肌顺应性下降,血管硬化,动脉壁脂质沉积等现象的起因之一。透明质酸解聚是自由基损伤造成老年期结缔组织弹性下降的重要机理。这些变化均可加剧血液循环障碍。补方主治老年慢性瘀血,从本文结果分析,其抗氧化效应可能对缓解老年期血液循环障碍有所帮助。

自由基损伤反应的特异性表现在疾病发展的特定阶段,特定的组织及生物大分子受损所产生的特殊效应,离体实验模型不易体现这种特异性。口服中药成分透过体内多重屏障,被种种代谢酶作用,到达靶组织后还能否保持原有的结构很多尚属未知。因此,虽然本文许多药物有较明显的抗氧化作用,但这些结论还有待于整个实验的证实。

体内自由基损伤反应是导致血液循环障碍及产生继发损伤重要因素之一,活血化瘀药物的抗自由基损伤作用与其活血效应可能有关。探讨中药活血化瘀与抗自由基损伤的关系,对进一步阐明活血化瘀治则的实质,探索抗衰老的新途径,有重要的意义。

参 考 文 献

1 Laemmli U K, et al. Nature, 1970, 227 (15): 680

2 王成莲,等.生物化学与生物物理进展,1989, 16(6): 473

3 陈文为,等.中国医药学报,1986, 1(2): 25

4 Kano Y, et al. J Biochem,1987(102): 839

(1992-11-06收稿)

(上接第69页)

4.2 稳定性实验:依上法操作,每隔一定时间测定斑点的积分值,结果在1 h内稳定性良好。

4.3 样品溶液的制备及测定:精密吸取抗病毒口服液50ml,加盐酸5ml,置水浴水解2h,放至室温,滤过,容器及滤渣多次加少量水洗涤,至滤液无色。滤渣置烘箱中100℃干燥1h后,置索氏提取器中用石油醚(30~60℃)回流提取3 h。提取液回收石油醚至干,用石油醚转移至具塞试管中,挥干石油醚。精密吸取1ml氯仿-乙醇(1:1)混合液溶解残渣,得样品溶液。精密吸取供试品液20μl,对照品溶液2、4μl分别点于同一薄层板上,按标准曲线项操作。由测定的峰面积积分值得出抗病毒口服液按菝葜皂甙元计算其含量,结果见表。

5 加样回收率试验

取抗病毒口服液制成的样品20μl,加入对照品溶液5 μl(含菝葜皂甙元5 μg),并用对照品及样品溶液随行点样层析。按样品测定项下操作,计算含量结果,平均回收率为102.8%,CV=3.70%(n=6)。

6 结果

6.1 本法测定抗病毒口服液中菝葜皂甙元的含量,方法简便,结果稳定,重现性好,可作为质量检验的一个定量方法。

6.2 从不同厂家生产的抗病毒口服液中菝葜皂甙元的含量结果看出,本溪生产的口服液含量要比广州生产的低些。

表 各厂家生产的抗病毒口服液含量测定结果

厂家	批 号	含量(μg/ml)		平 均 CV%	
本溪	921001	1.0901	1.0531	1.2029	1.154
广州	920803	2.2379	2.2470	2.2837	2.2562

致谢:本实验的数据承蒙沈阳药学院测试中心孙秀艳老师测试部分工作。

(1993-03-11收稿)

ABSTRACTS OF ORIGINAL ARTICLES

Studies on the Chemical Components of Daguoyoumateng (*Mucuna macrocarpa*)

Hu Wangyun, Luo Shide, and Cai Jianxun

Seven compounds were isolated from the stems of *Mucuna macrocarpa* Wall. (*Fabaceae*). On the basis of spectral data and chemical reactions, their structures were elucidated as lupenone (I), friedelin (II), β -sitosterol (III), $\Delta^{6,22}$ -stigmasten-3 β -ol (IV), tetracosanoic acid 2,3-dihydroxypropyl ester (V), pentacosanoic acid 2,3-dihydroxypropyl ester (VI), hexacosanoic acid 2,3-dihydroxypropyl ester (VII). VI is a new compound, while V and VII were obtained from nature for the first time.

(Original article on page 59)

The Isolation and Identification of Toxic Alkaloids from Yellowflower Crazyweed (*Oxytropis ochrocephala*)

Meng Xiezhong, Hu Xiangqun, Zhang Ruming, et al

Four quinolizidine alkaloids were isolated from the total alkaloid of the aerial part of *Oxytropis ochrocephala*. They were identified by UV, IR, EI-MS and physico-chemical properties as thermopsine, anagyrine, lupanine and sparteine. All of them were isolated for the first time from this plant.

(Original article on page 61)

Studies on the Tannin Constituents of Dahurian Rose (*Rosa davurica*)

Jin Zhexiong and Piao Yingai

Ten compounds were isolated from the fruit of *Rosa davurica* Pall.. They were elucidated by spectroscopic and chemical methods as casuarictin, 1,2,3,6-tetra-O-galloyl- β -D-glucose, 1,2,3,4,6-Penta-O-galloyl- β -D-glucose, agrimoniin, laevigatins D, laevigatins F, davuriciin M₁, davuriciin D₁, davuriciin D₂ and davuriciin T₁.

(Original article on page 64)

Quantitative Determination of Sarsasapogenin in "Antivirotic Oral Liquid" by Double-Wavelength TLC Scanner

Zhang Guogang, Xu Suixu, Zhou Mi, et al

Sarsasapogenin in "antivirotic oral liquid" made by different factories was determined quantitatively by double-wavelength TLC scanner. The method is simple, accurate, sensitive, and reproducible. The average recovery was 102.8%, coefficient of variation was 3.7%, and coefficient of correlation was 0.9997. Results showed that this method is suitable for the quality control of "antivirotic oral liquid".

(Original article on page 69)