

薄层扫描法测定山药中尿囊素的含量

湖北省人民医院药学部(武汉 430060)

周本宏* 罗顺德 蔡鸿生

摘要 通过薄层扫描法测定了山药中尿囊素的含量,为控制山药的质量提供依据。

关键词 山药 尿囊素 薄层扫描法 含量测定

尿囊素为山药中的有效成分之一,实验证明尿囊素具有镇静、局麻等作用,外用能促进皮肤溃疡面和伤口愈合及生肌作用[顾文珍,等.新药与临床,1990,9(4):232]。尿囊素的制剂在临床上已广泛用于皮肤皲裂和溃疡的治疗[唐祥春.中国医院药学杂志,1988,8(1):17]。本文通过薄层扫描法测定了山药中尿囊素的含量,为控制山药的质量提供依据。

1 仪器与药品

CS-9000双波长飞点薄层扫描仪(日本岛津),SPU-1自动喷雾器(日本岛津),定量毛细管(Drummond U.S.A.),薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂)。

山药饮片(购自武汉市药材公司)经罗顺德副主任药师鉴定。

尿囊素对照品:为尿囊素原料药精制,含量99.8%。

所用试剂均为分析纯。

2 尿囊素对照液的制备

精密称取干燥至恒重的尿囊素对照品一定量,用75%乙醇溶解定容100ml,其浓度为0.898mg/ml

3 样品液的制备

取山药的细粉10g,用100ml 75%乙醇回流提取2.5~3h过滤,回收乙醇后,用75%乙醇定容于50ml容量瓶中备用。

4 显色剂的配制

称取对-二甲氨基苯甲醛15g,加入95%乙醇20ml、浓盐酸40ml,溶解后置于棕色瓶中贮存、备用。

5 薄层层析条件及扫描参数的确定

层析板:硅胶G-CMC板,板厚0.5mm;展开剂:甲醇-丙酮-甲酸-水(40:2:1:6);展开方式:上行展开;显色:层析完毕后,用自动喷雾装置喷显色剂,可出现黄棕绿色斑点,在空气中干燥5min后于75℃加热4min,阴暗处放冷后即可扫描测定。

扫描参数的选定:将层析、显色后的斑点于CS-9000双波长薄层扫描仪上在可见光区进行光谱扫描,根据结果选定 $\lambda_R = 500\text{nm}$ 、 $\lambda_S = 445\text{nm}$, $S_x = 3$ 、背景校正:ON、反射法锯齿扫描。

6 标准曲线的绘制

分别用定量毛细管吸取尿囊素对照液2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 μl 点于同一块薄层板上,以甲醇-丙酮-甲酸-水(40:2:1:6)展开至前沿13cm处,取出晾干近干后,喷显色剂,即出现黄绿色斑点,在空气中干燥5min后于75℃加热5min,阴暗处放冷后按上述扫描参数进行扫描。以点样量斑点面积积分值作图,得一不通过原点的直线,其回归方程为:

*Address: Zhou Benhong, Peoples' Hospital, Department of Pharmacy, Hubei Provincial, Wuhan

$\hat{y} = 17442.9 + 29791.1X (r = 0.999)$, 表明尿囊素在1.79~5.38 μ g范围内线性关系良好。

7 精密度试验

用定量毛细管吸取尿囊素对照液3.0 μ l点相同浓度的5个点于同一块薄层板上, 展开、显色、扫描, 结果斑点积分面积平均值 $\bar{X} = 88552.4$, $CV = 1.2\%$

8 稳定性实验

用定量毛细管吸取尿囊素对照液4.0 μ l点于薄层板上, 展开、显色, 每隔20min扫描一次, 结果表明在60min内基本不影响测定。

9 加样回收率试验

精密称取山药粉末共4份, 每份10g, 在其中3份中分别加入尿囊素对照液10.0、20.0、30.0ml, 然后将4份粉末按3项下样品液的制备方法制备, 作为供试品溶液。用定量毛细管吸取尿囊素对照液3.0、4.0 μ l及供试品液4.0 μ l点于同一块薄层板上, 按前述方法展开、显色、扫描, 计算回收率, 结果回收率为99.5%, $CV = 0.9\%$ 。

10 样品的含量测定

按3项下方法制备不同批次的山药饮片的样品液, 用定量毛细管吸取尿囊素对照液3.0、4.0 μ l及样品液4.0 μ l点于同一薄层板上, 按前述方法展开、显色、扫描, 外标二点法计算含量, 结果见表。

11 小结与讨论

关于山药中尿囊素的含量测定方法国内尚未见报道。尿囊素在水中溶解度大, 在有机溶剂中溶解度小, 而单纯用水为溶媒提取, 挥发性差, 给回收浓缩、点样、测定带来麻烦, 故采用75%乙醇为溶媒, 这样既有利于提取完全, 又能方便测定。

表 样品含量测定结果		
品号	含量(g/100g)	平均含量(%)
1	0.28	0.29
2	0.21	
3	0.30	
4	0.33	
5	0.29	
6	0.35	

本法中显色方法的操作较关键, 宜阴暗处放置, 显色剂宜新鲜配制。
本文建立了山药中尿囊素的薄层扫描测定方法, 方法回收率99.5%, $CV = 0.9\%$, 表明该方法准确、可行, 为控制山药的内在质量提供依据。

(1993-05-08收稿)

毛车藤中的甾族化合物

Hu Yingjie. phytochem, 1993, 33(3): 687

前曾报道从毛车藤 *Amalocalyx yunnanensis* 中分得一类新甾族化合物amaloside A和B, 具有B/C环顺式结构。今在进一步的研究中继续分得另3个新甾族, 分别命名为amaloside C和D以及amalogenin B
amaloside C, $C_{28}H_{42}O_8$, mp186°C, 光谱及化学分析表明其为(20s)-3 β , 8 α , 14 β 三羟基-8 α , 9 α , 14 β , 17 β -孕甾-5烯-18酸-20内酯-3

O- β -D-吡喃脱氧毛地黄糖。
amaloside D, $C_{28}H_{40}O_8$, mp240-242°C, (20s)-3 β , 8 α , 14 β 三羟基-8 α , 9 α , 14 β , 17 β -孕甾-5, 11双烯-18酸-20内酯-3-O- β -D-吡喃脱氧毛地黄糖。
amalogenin B, $C_{21}H_{38}O_8$, mp 218~220°C为amaloside D的糖甙配基。
(史玉俊 摘译)