

脑血栓片中丹参酮Ⅱ_A的含量测定

天津同仁堂制药厂(300132)

于金凤 于红俐 李桂兰*

脑血栓片具有活血化瘀、醒脑通络、潜阳熄风的作用。丹参是该药的主要成分之一,丹参酮Ⅱ_A为其主要化学成分。为了能在工艺中控制丹参的投料量,确保药物疗效,我们对丹参酮Ⅱ_A进行了含量测定

1 实验材料及仪器

岛津CS-930薄层扫描仪,微量点样管(美国D.S.Co出品),薄层板 10×10cm硅胶板(北京军事医学科学院出品)。标准品:丹参酮Ⅱ_A(中国药品生物制品检定所提供),试剂均为AR级。

2 薄层扫描及层析条件

检测波长 $\lambda=470\text{nm}$,单波长锯齿法扫描。

用前将预制板于150℃活化30min,展开剂为苯-乙酸乙酯(19.5:0.5),展距约8.5cm。

3 脑血栓片阴性对照液的制备

按脑血栓片的处方及工艺制备其阴性样品,再称取一定量并用氯仿提取至无色,回收氯仿至干,再用氯仿定容2ml,供用。

4 标准曲线的制备

精密称取丹参酮Ⅱ_A1mg,用氯仿1₀定容2ml,分别吸于1~5 μl 点于同一块板上,依上述条件展

开,扫描。以峰面积的积分值与点样量绘制标准曲线,求出方程 $Y=3577.86+7648.7X$, $r=0.9978$,结果表明点样量在0.5~2.5mg之间呈线性。

5 精密度实验

精密称取同批样品5份各约1.5g,加氯仿用索氏提取器提取至无色,回收氯仿至干,用氯仿定容2ml,吸取2ml点于薄层板上,同时随行标准品,展开扫描,结果 $CV\%=2.34$ ($n=5$)。

6 添加回收实验

精密称取一定量阴性对照液5份,定量加入一定浓度的丹参酮Ⅱ_A标准品溶液,加氯仿展开、扫描,其结果回收率为101.40%($n=5$)。

7 测定脑血栓片中丹参酮Ⅱ_A含量(mg/片)

精密称取5批样品,每批各取2份,每份约1.5g,加氯仿60ml索式提取器提取至无色,回收氯仿至干,用氯仿定容2ml,吸取10 μl 点于薄层板上,展开、扫描,结果批号930304为0.01923、930305为0.01928、930406为0.01883、930507为0.01874、930708为0.01901。

表1 人工养殖与野生蛤蚧产卵率的比较

试验时间 (年份)	试验项目	饲料种类	蛤蚧 (条)	产双 卵(条)	产单 卵(条)	未产 卵(条)	产卵 率(%)
1986	野生	灯光诱虫	36	5	3	28	22.2
	人工饲养	灯光诱虫+黄粉虫	55	18	9	28	49.1
1987	野生	灯光诱虫	45	8	5	32	28.8
	人工饲养	灯光诱虫+黄粉虫	46	16	12	18	60.8
1988	野生	灯光诱虫	54	10	6	38	29.6
	人工饲养	灯光诱虫+黄粉虫	70	28	13	29	58.5

表3 野生与人工养殖蛤蚧卵的孵化观察

时间 (年份)	试验项目	供试卵 (个)	孵出小蛤 蚧(条)	未孵化 (个)	孵化率 (%)
1988	人工饲养	45	39	6	86.6
	野生	62	49	13	79.1
1989	人工饲养	56	52	4	92.9
	野生	74	64	10	86.4
1990	人工饲养	84	73	11	86.9
	野生	51	39	12	76.4

表2 不同饲料配方与蛤蚧产卵率的关系

时间 (年份)	蛤蚧 (条)	饲料配方	产双 卵(条)	产单 卵(条)	未产 卵(条)	产卵 率(%)
1986	45	灯光诱虫+蟑螂、蚕蛹	14	7	24	46.7
	46	灯光诱虫+黄粉虫	18	8	19	57.7
1989	45	黄粉虫	13	10	22	51.1
	20	灯光诱虫	3	2	15	25
1990	39	灯光诱虫+蟑螂、蚕蛹	15	8	16	58.9
	43	灯光诱虫+黄粉虫	18	10	15	65.1
1990	40	黄粉虫	15	6	19	52.5
	18	灯光诱虫	1	2	13	16.6
1991	32	灯光诱虫+蟑螂、蚕蛹	13	6	13	59.4
	38	灯光诱虫+黄粉虫	18	10	10	73.7
1991	35	黄粉虫	11	8	16	57.1
	17	灯光诱虫	2	3	14	29.4

3.3 人工养殖蛤蚧应按一定雌雄比例饲养,有利于交配,可提高蛤蚧卵的孵化率。

(1993-09-08收稿)

*天津市中药学校