

丹参口服液中水溶性酚酸的含量测定

南京医科大学第一附属医院(210005) 周文慧*

摘要 以原儿茶醛为对照品,采用紫外分光光度法测定丹参口服液中水溶性酚酸的含量,并对测定方法进行了探讨,方法简便快速,结果准确,回收率98.95%,CV3.81%。

关键词 丹参口服液 含量测定 原儿茶醛

丹参是中医传统使用的活血化瘀药,临床已有多种制剂广泛用于治疗心绞痛、心肌梗塞等心血管系统疾病^[1],水溶性酚酸类成分起主要作用,其含量高低决定疗效的强弱^[2]。本实验通过测定水溶性酚酸的含量,对丹参口服液进行质量控制标准的研究。

1 试药与仪器

硅胶G(层析用),其余试剂均为AR级;原儿茶醛对照品,江苏省药品检验所提供;三氯化铁乙醇液;紫外分光光度计;岛津UV-3000型分光光度计,451-G分光光度计,十万分之一天平。

2 原儿茶醛对照品溶液的制备

精密称取原儿茶醛对照品5000 μ g,置50ml容量瓶中,用1mol/L盐酸溶解并稀释至刻度,摇匀,浓度为100 μ g/ml的对照品液供用。

3 样品液的制备

精密吸取丹参口服液(相当生药1g/ml)2ml于10ml分液漏斗中,用乙醚萃取4次,每次4ml,合并乙醚提取液,水浴蒸干,残渣以1mol/L盐酸溶解过滤于25ml容量瓶中,用1mol/L盐酸稀释至刻度,得样品液。

4 薄层板的制备

取硅胶G,用0.7%CMC-Na(1:3)调匀,均匀涂布于平整洁净的10 \times 20cm玻板上,室温晾干,于105 $^{\circ}$ C活化1h,置于干燥器中贮存备用。

5 薄层层析

分别精密吸取对照品液、样品液,样品液经提取后的水层点于硅胶G板上,以苯-乙酸乙酯-甲酸(10:8:1.5)作展开剂,按上行展至18cm,取出挥去溶剂,喷3%三氯化铁乙醇液,热风吹至显色,结果见图1。

由图1可知,丹参口服液中水溶性酚酸成分,其 R_f 值(0.63)、斑点颜色同原儿茶醛对照品一致,并可被乙醚所提取,而经过乙醚提取后的水层则不再含有原儿茶醛,说明乙醚可提取丹参中的水溶性成分原儿茶醛。

6 测定波长的选择

取原儿茶醛对照品液及样品液用UV-

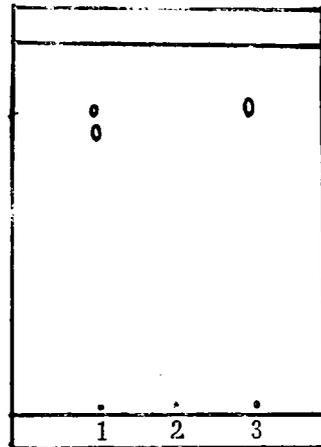


图1 丹参口服液TLC图

1-样品 2-样品液提取后水层 3-原儿茶醛

*Address, Zhou Wenhui, The Frist Affiliated Hospital, Nanjing Medical University Nanjing

3000分光光度计扫描, 结果见图2。

由图2可知, 原儿茶醛对照品及样品在波长 $281 \pm 3\text{nm}$ 处均有最大吸收, 与文献记载相符^[3] (而溶剂在此波长无吸收), 故可选择 $281 \pm 3\text{nm}$ 为测定波长。

7 标准曲线的绘制

精密吸取原儿茶醛对照品液0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2ml置10ml容量瓶中, 用1mol/L盐酸稀释至刻度, 使浓度分别为1、2、3、6、8、10、12 $\mu\text{g/ml}$, 用1mol/L盐酸作空白, 于波长281nm处测定吸收度, 所测结果经回归后的回归方程式为: $A = 0.0086518 + 0.069854C$, $r = 0.9998$ ($n = 4$)。由此可知原儿茶醛液在1~12 $\mu\text{g/ml}$ 范围内呈线性关系。

8 样品测定

精密吸取样品液0.5ml于10ml容量瓶中, 加1ml/L盐酸至刻度, 摇匀, 于波长281nm处测吸收度, 并计算含量, 结果见表1。

9 稳定性实验

按上述方法, 在不同存放时间分别测定原儿茶醛对照品及样品的吸值收结果见表2, 可见测定液在24h内稳定。

表1 丹参口服液中水溶性酚酸的含量
(以原儿茶醛计)

批号	n	含量 $\bar{x} \pm \text{SD}$	CV%
930605	3	1095.5 \pm 22.1	2.01
930614	3	1059.2 \pm 32.6	3.08
930623	4	1485.1 \pm 33.0	2.19
930714	4	1559.2 \pm 32.8	2.10

10 加样回收率

精密称取原儿茶醛对照品700 μg 、1805 μg , 加入2ml口服液中, 照样品液制备及测定项下操作测定吸收值, 并计算回收率, 结果见表3。

11 讨论

11.1 实验结果表明, 用紫外分光光度法测定丹参口服液中水溶性酚酸是可行的, 回收率98.95%, CV3.81%, 说明本法可靠, 能得到准确的结果, 方法简便快速, 适宜于医院制剂室等基层单位对丹参制剂进行质量控制。

11.2 由于鞣质在波长 $281 \pm 3\text{nm}$ 处也有强吸收^[4], 本法用乙醚提取可除去鞣质, 并经纸层析确证样品液中不含鞣质, 即排除了鞣质的干扰, 保证样品测定结果。乙醚提取液经薄层检查 (下转第485页)

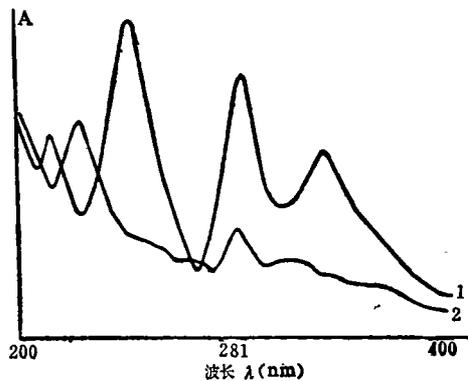


图2 吸收光谱图

1-原儿茶醛 2-样品

表2 对照品、样品稳定性实验结果
(吸收值)

	0	2h	8h	12h	24h
对照液	0.445	0.445	0.445	0.446	0.45
样品液	0.314	0.314	0.315	0.316	0.32

表3 原儿茶醛加样回收率

加入量	测得量	回收率 X(%)	$\bar{x} \pm \text{SD}$	CV%
700	672.5	96.13		
700	659.4	94.20		
700	681.1	97.30	98.95 \pm 3.71	3.81
1805	1871.70	103.7		
1805	1797.42	99.58		
1805	1855.54	102.8		

- 15 (22). 种子合点明显, 背面不具纵沟, 内胚乳盘状; 内种皮细胞径切向直径比大于2。
- 16 (17). 果实被毛; 果皮薄革质, 每室种子数7~13; 种子扁球形, 下皮细胞1列。油细胞成列, 种脊沟状, 气芳香……………高良姜
- 17 (16). 果实无毛, 果皮膜质, 每室种子数不超过7, 种子贝壳状或不规则, 下皮细胞2列, 油细胞分散, 种脊窄沟状或宽沟状; 气微香或香。
- 18 (21). 果实缩存花被管, 每室种子数2~7, 种子具粗纹理或浅纵棱, 种脊宽沟状, 色素细胞壁不明显, 味凉。
- 19 (20). 果实具细纵棱每室种子数2~7; 种子浅棕色, 具粗纹理, 下皮细胞含色素少, 气香……………山姜
- 20 (19). 果实无细纵棱, 每室种子数2~5; 种子灰棕色, 有浅纵纹, 下皮细胞含色素较多, 气微香……………箭杆凤
- 21 (18). 果实无宿存花被管, 每室种子数1~3, 种子具细皱纹, 背面一端浅裂, 种脊窄沟状, 内胚乳有时两侧向上延伸, 色素细胞壁明显, 味微辣……………华山姜
- 22 (15). 种子合点不明显, 背面具纵沟, 内胚乳两侧向上延伸, 内种皮细胞径切向直径比小于2。
- 23 (26). 果实无宿存花被管, 具3条纵棱, 成熟时3裂, 种子表面较粗糙, 密布颗粒状突起。
- 24 (25). 果实长圆形或球形, 每室种子数6~10, 色素细胞4~6列, 气特殊, 味微辣……………光叶云南草蔻
- 25 (24). 果实球形, 每室种子数9~19, 色素细胞7~9列, 气微, 味微酸……………长柄山节
- 26 (23). 果实有宿存花被, 具多条纵纹, 成熟时不3裂, 表面无颗粒状突起, 下皮细胞2~3列, 气似松姜油, 味凉辣……………艳山姜

参 考 文 献

- | | |
|------------------------------------|---------------------------------|
| 1 陈世文, 等. 中药通报, 1988, 13 (6): 4 | 5 杨兆起, 等. 药物分析杂志, 1985 (6): 351 |
| 2 陈世文, 等. 中国中药杂志, 1989, 14 (1): 9 | 6 陈毓亨, 等. 中药材科技, 1983 (6): 28 |
| 3 赖茂祥, 等. 中国中药杂志, 1989, 14 (5): 11 | 7 冯耀南, 等. 中药材科技, 1983 (4): 25 |
| 4 赖茂祥, 等. 中国中药杂志, 1989, 14 (7): 10 | 8 孙宝善. 河北医药, 1983 (1): 9 |
- (1993-08-09收稿)

(上接第461页)

含有多种成分, 为避免对样品的干扰, 采用盐酸溶解, 除去不溶于盐酸的脂溶性等成分。

1.1.3 以原儿茶醛作对照品有以下优点: 有现成试剂出售, 固体, 稳定性好^[5], 且原儿茶醛含量与临床疗效相关, 当原儿茶醛在药液中的浓度低于0.5mg/ml时, 对血小板聚集的抑制率很低, 可见对其进行质控是有意义的^[6]。

原儿茶醛易溶于乙醇, 乙醚等, 在水中很易被氧化而变色^[7], 且在碱性条件下, 原儿茶醛等酚性成分很不稳定^[5], 故本法采用1mol盐酸溶解配液。

1.1.4 本口服液采用甜菊甙作为矫味剂, 亚硫酸氢钠作为抗氧剂, 经TLC检查, 它们对原儿茶醛测定无影响。

参 考 文 献

- | | |
|---------------------------------|--|
| 1 上海第九制药厂. 医药工业, 1973 (1): 14 | 6 温天明, 等. 中成药研究, 1984 (6): 11 |
| 2 姚松林, 等. 中国药学杂志, 1989 (5): 286 | 7 阙毓铭, 等. 中药化学实验操作技术. 北京: 中国医药科学出版社, 1988. 207 |
| 3 中华人民共和国药典 (77版). 115 | |
| 4 杨 筠, 等. 中成药研究, 1986 (1): 10 | |
| 5 刘瑞玲, 等. 药物分析杂志, 1983 (3): 163 | |
- (1994-04-05收稿)