

红芪及其颗粒剂中 γ -氨基丁酸的含量测定

国家医药管理局天津药物研究院(300193) 周立红* 胡根勇

摘要 用高效G薄层板分离 γ -氨基丁酸,双波长锯齿扫描法测定红芪及其颗粒剂中 γ -氨基丁酸的含量,方法简单,重现性好。

关键词 红芪 γ -氨基丁酸 薄层扫描法 含量测定

红芪为常用中药,为豆科植物多岩黄芪 *Hedysarum polybotrys* Hand.-Mazz. 的干燥根。红芪具有补气固表,利尿托毒,排脓,敛疮生肌等功能^[1],在传统医学中,红芪常可代替黄芪使用。黄芪中的降压成分为 γ -氨基丁酸,其降压强弱与 γ -氨基丁酸的含量成正比^[2],红芪中也含有 γ -氨基丁酸,因此,本实验选择了 γ -氨基丁酸为指标,对红芪及制剂中的 γ -氨基丁酸进行含量测定。

1 仪器与试剂

日本岛津CS-9000型薄层扫描仪, CAMAG-IV型自动点样器、高效G薄层板(青岛海洋化工厂)、 γ -氨基丁酸对照品(含量98.5%,上海试剂三厂)、水合茚三酮(分析纯,沈阳第三十六中学化工厂)。

2 实验方法

2.1 标准曲线绘制:精密称取 γ -氨基丁酸对照品,用70%乙醇制成50 μ g/ml的对照品溶液,在高效G薄层板上点样1、2、3、4、5 μ l,以95%乙醇-氨水(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干。用0.2%茚三酮乙醇溶液喷雾,在40℃烘箱中烤10min,可见紫红色斑点,在CS-9000型扫描仪上进行扫描。扫描条件:反射式双波长锯齿扫描, $\lambda_s=530$ nm, $\lambda_R=700$ nm,狭缝0.4 $\times$ 0.4mm, SX=3。用最小二乘法对标准溶液浓度和色谱峰面积进行回归分析,得回归方程为: $A=6146.1C-479.1$ $r=0.9991$,线性范围:0.05~0.25 μ g。

2.2 精密度试验:在同一块薄层板上,精密点6个相同量 γ -氨基丁酸斑点,依上法展开显色,测定斑点面积积分值,6个点的面积积分值 $\bar{X}=10317$, SD=225, CV=2.18%

2.3 稳定性试验:吸取 γ -氨基丁酸对照品的乙醇溶液1、2、3 μ l点样,展开,取出,显色。在相同条件下,不同时间内分别测定斑点积分值,结果表明,斑点在4h内稳定。

2.4 加样回收率试验:精密称取颗粒剂粉末1g,加入20ml 90%乙醇溶液,再加入 γ -氨基丁酸对照品100 μ g,超声波提取30min,过滤,滤液浓缩,乙醇定容2ml,点样,展开,取出,显色,测定。以未加对照品的样品含量为对照,计算回收率, $\bar{X}=99.10\%$, CV=3.57% (n=9)。

2.5 样品含量测定:精密称定样品粉末1g,加90%乙醇超声波提取30min,过滤,滤液浓缩,残渣用乙醇定容2ml,作为供试品。吸取供试品溶液1 μ l,标准对照品溶液1、2、3 μ l,分别点于同一高效G薄层板上。以下操作方法同上,3批测定结果:见表1。

2.6 红芪药材含量测定:以不同的溶剂及提取方法测定红芪药材中 γ -氨基丁酸的含量,结果见表2。

(下转第521页)

*Address: Zhou Lihong, Tianjin Institute Pharmaceutical Research, State Pharmaceutical Administration of China, Tianjin

以同法测得已知含量的样品为基底, 加入对照品适量, 依法测定加样回收率 $\bar{x}$ 为97.45%, $CV = 1.28\%$ ($n = 6$)。

7 样品的含量测定

精密称取丹参酮ⅡA对照品适量, 加醋酸乙酯制成每毫升含1.5mg的溶液, 作对照品溶液。
精密称取样品内容物4g, 置索氏提取器中, 加入乙醚适量, 45℃水浴提至溶剂近无色, 提取液水浴挥干, 残渣加醋酸乙酯使溶解, 转移至5ml容量瓶中, 加醋酸乙酯定容至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

分别吸取对照品溶液1.3 μ l, 供试品溶液6 μ l, 交叉点于同一硅胶G薄层板上, 按实验条件展开测定。结果见表。

表 样品的含量测定结果(mg/g, n = 3)	
批 号	丹参酮ⅡA含量
930710	0.36
930715	0.34
930730	0.33

8 讨论

实验证明: 丹参酮ⅡA斑点在1h内稳定, 随着时间的延长, 斑点积分面积有不断下降的趋势。所以, 展开后的薄层色谱, 应尽快测定, 以免影响结果的准确性。

(1994-09-05收稿)

(上接第518页)

表1 样品测定结果

样品批号	含量 μ g/g				$\bar{x}$	SD	CV%
	1	2	3	4			
940315	141.27	146.94	152.67	144.44	146.33	4.82	3.29
940324	123.73	126.11	130.28	121.84	125.49	3.64	2.90
940310	131.25	139.44	135.27	139.97	136.48	4.07	2.98

表2 不同提取方法 γ -氨基丁酸含量			
溶 剂	提取方法	时间(h)	含量(μ g/g)
水	热提取	4	135.98
90%乙醇	超声波提取	0.5	412.41
95%乙醇	索氏提取器	4	427.74

3 讨论

3.1 本实验采用的展开剂克服了以往所采用的正丁醇-冰醋酸-水等系统^[3], 带来的背景干扰及重复性差的缺点, 可将 γ -氨基丁酸与其它成分有效分离, 方法简单, 重复性好。

3.2 采用90%乙醇作为制剂的提取溶液, 可有效地将制剂中的糖等辅料去除, 同时又能充分溶解 γ -氨基丁酸, 是含红芪制剂中的 γ -氨基丁酸含量测定的最佳溶剂。

参 考 文 献

1 中国医学科学院药物研究所. 中药志. 第二册.

2 Hikino H, et al. Planta Medica, 1976, 30, (4), 297

3 邢振荣, 等. 现代应用药学, 1987, 12, 4

(1995-05-10收稿)

《国外医药——合成药、生化药、制剂分册》1996年征订启事

本刊是由国家医药管理局医药工业信息中心站、中国化学制药工业协会主办,
本刊栏目有: 药物研究进展、国外开发中新药、国外上市新药、药物临床与评价、老药新用途、不良反应、制剂、合成、药物分析与质量等等。
本刊为双月刊, 每期64页, 定价7.00元, 代号4-302, 公开发行, 各地邮局均可订阅。

ABSTRACTS OF ORIGINAL ARTICLES

Studies on the Chemical Constituents of Balsampear (*Momordica charantia*)

Chang Fenggang

Four compounds were isolated from 80% EtOH extract of the fruits of *Momordica charantia* L., and identified by chemical reactions and spectral data (UV, IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR and MS). They were momordicoside F1, I, G and daucosterol. This was the first reported isolation of daucosterol from this plant.

(Original article on page 507)

Studies on the Chemical Constituents of Mashaqianhu

(*Peucedanum mashaense*)

Huang Ping, Lu Chunqiong, Lai Maoxiang, et al

Six compounds isolated from the root of *Peucedanum mashaense* Shan et Sheh, were identified as deltoin, marmesin, phellopterin, oxypeucedanin hydrate, bergapten and β -sitosterol on the basis of physical and chemical properties and spectral data.

(Original article on page 511)

Determination of γ -Aminobutyric Acid in Manyinflorescenced Sweetvetch

(*Hedysarum polybotrys*) and Its Granular Preparation

Zhou Lihong, Hu Gengyong

Isolation of γ -aminobutyric acid in *Hedysarum polybotrys* was accomplished by HPT-LC, and the content of the said component in the herb and its preparation determined by dual wave length scanning at λ_S 530 nm and λ_R 700 nm. The method was simple and accurate.

(Original article on page 518)

Studies on the Fatty Acid Composition of Seed Oil of Several Plants in Changbaishan Region

Yang Shijie, Chen Guangrong, Li Qianmei, et al

Fatty acid composition and content in seed oil of plants in Changbaishan region was studied by gas chromatography and reported.

(Original article on page 519)

Determination of Tanshinone II_A in "Prostate Healthcare Bag" by TLC Scanning

Li Xiangyang, Tu Wanqian

TLC scanning technique was used for the determination of tanshinone II_A in "Prostate Healthcare Bag" at λ_S = 470 nm, and λ_R = 620 nm. This method is simple and highly sensitive, with an average recovery of 97.45% and a variation coefficient of 1.28%.

(Original article on page 520)

Biological Effect of Fiveleaf Gynostemma (*Gynostemma pentaphyllum*) on Thorny Nude Belly Water Flea — A Model for the Screening of Antiaging

Chen Qingyao, Ji Yuantang, Sun Yulin, et al