

薄层扫描法测定前列腺保健袋中丹参酮Ⅱ_A的含量

河南省药品检验所(郑州 450003) 李向阳*

河南省中医药研究院中药室 屠万茜

摘要 用薄层扫描法对前列腺保健袋中丹参酮Ⅱ_A的含量进行测定, $\lambda_s = 470\text{nm}$, $\lambda_R = 620\text{nm}$ 。

方法简单, 结果准确, 重现性好。平均回收率97.45%, 变异系数1.28%。

关键词 前列腺保健袋 丹参酮Ⅱ_A 薄层扫描

前列腺保健袋是由丹参、三棱、野菊花等8味中药制成的外用保健袋。具有活血化淤, 软坚散结, 温肾壮阳, 清热解毒的功效。临床用于由前列腺肥大、前列腺炎所致的尿频、尿急、尿滞留等。为控制药物的内在质量, 采用薄层扫描法对其主要药物丹参中的丹参酮Ⅱ_A的含量进行了研究。

1 仪器与试剂

CS-910薄层扫描仪(日本岛津), 硅胶G(青岛海洋化工厂), 定量毛细点样管(美国Drummond) 丹参酮Ⅱ_A对照品(中国药品生物制品检定所), 前列腺保健袋(河南中医学院一附院研制), 所用试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层层析条件: 吸附剂: 硅胶G-0.5%CMC-Na(3:1)搅拌均匀后涂布于(10×20cm)玻璃板上, 厚度0.3mm, 室温晾干, 于105℃活化1h后干燥器内备用。展开剂: 苯-醋酸乙酯(19:1)展距9cm。

2.2 薄层扫描条件: 对丹参酮Ⅱ_A和样品的薄层图谱, 在400~700nm波长范围进行了全波长扫描, 根据光谱图, 选定测定波长 $\lambda_s = 470\text{nm}$ 参比波长 $\lambda_R = 620\text{nm}$, 狭缝1.25×1.25mm, 灵敏度×1, $S_x = 3$ 。

2.3 线性关系: 取1.47mg/ml的丹参酮Ⅱ_A醋酸乙酯溶液, 在同一薄层板上分别点1、2、3、4、5μl, 按上述方法展开, 测定。以点样量为横坐标, 斑点积分面积为纵坐标绘标准曲线。回归方程 $Y = 432.4 + 1986.6X$ $r = 0.9996$ ($n = 5$), 对照品浓度在1.47~7.35μg范围内呈良好的线性关系。

3 稳定性试验

在薄层板上点2μl的丹参酮Ⅱ_A对照品溶液, 按实验条件展开, 每隔10min扫描一次, 持续扫描2h, 结果在1h内基本稳定, $RSD = 1.86\%$ 。

4 精密度试验

按实验条件对同一份样品进行试验, 于同一薄层板上点同样量的6个斑点, 进行测定, 结果 $RSD = 1.19\%$, 表明本法精密度尚好。

5 重现性试验

按实验条件对同批样品进行含量测定(提取6份样品, 分别制得供试品溶液), 结果平均含量 $\bar{x} = 0.345\text{mg/g}$, $RSD = 3.40\%$, $n = 6$ 。表明重现性良好。

6 加样回收率试验

*Address: Li Xiangyang, Henan Provincial Institute for Drug Control, Zhengzhou

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1.3μl,供试品溶液6μl,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μg/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(μg/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 mshanense*)

Huang Ping, Lu Chunqiong, Lai Maoxiang, et al

Six compounds isolated from the root of *Peucedanum mshanense* 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