

薄层扫描法测定金水宝胶囊中腺苷的含量

江西省中医药研究所(南昌 330006) 吕武清* 颜华荣
江西省药品检验所 龙新华

摘要 用薄层扫描法测定了金水宝胶囊中腺苷的含量,样品测定波长 260nm,参比波长为 300nm,线性范围为 0.65~5.20 μ g,回收率 99.50%。

关键词 金水宝胶囊 腺苷 薄层扫描

金水宝胶囊是采用青海产新鲜冬虫夏草中分离所得的虫草菌——蝙蝠蛾拟青霉 Cs-4 菌株,经纯化,人工发酵培养,加工而成的浅褐色粉末,是我国实行新药审批办法后的第一个一类新药,具有补肾益肺,秘精益气功能,主要含腺苷、腺嘌呤、尿苷、鸟苷、尿嘧啶、甘露醇、麦角甾醇、氨基酸、微量元素及维生素 B₁、B₂ 和维生素 E 等^[1]。为了确定胶囊中主要成分的含量,以控制产品质量,建立简单、快速、准确的测定方法具有重要的实际意义。金水宝胶囊中腺苷的测定方法目前有高效液相色谱测定的报道^[2,3]。本文采用薄层扫描法对金水宝胶囊中的腺苷含量测定进实验研究。

1 仪器试剂

CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津),PBQ-1 薄层自动铺板仪(重庆),微量毛细管(美国 Drummond 公司)。

硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂),腺苷对照品(BR98%)经多次重结晶纯化,金水宝胶囊(江西金水宝制药有限公司),所用试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备:精密称取本品粉末约 1g,置 50ml 圆底烧瓶中,加水 20ml 回流提取 2h,趁热过滤,用少量水冲洗滤渣 3 次,合并滤液,浓缩,定容 5ml,作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取腺苷对照品 6.5mg,加水溶解,定溶 10ml,作为对照品

溶液。

2.3 腺苷的分离^[4]:精密吸取上述供试品溶液 2 μ l,对照品溶液 1、2 μ l,分别交叉点于同一用 0.05mol/L Na₂HPO₄ 和 0.5%CMC 铺制的硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-异丙醇-水-氨水(8:2:6:0.5:0.12)为展开剂展开,取出晾干,置紫外光灯(254nm)下检视定位。

2.4 薄层扫描: $\lambda_s=260\text{nm}$, $\lambda_R=300\text{nm}$,狭缝 1.2 $\times$ 1.2mm,Sx=3,反射锯齿形扫描,测定斑点的面积积分值,求取含量。

2.5 测定结果:根据同一扫描条件下斑点面积积分值,用回归方程求得含量见表。

表 金水宝胶囊中腺苷含量(mg/g)

批号	1	2	3	$\bar{x}$	RSD/%
9211032	1.939	1.992	2.011	1.979	2.00
9407096	2.037	2.030	2.030	2.302	0.19
9206096	1.538	1.535	1.562	1.545	0.97
9302019	2.100	2.053	2.118	2.090	1.60

3 方法学研究

3.1 稳定性试验:吸取供试品溶液和对照品溶液各 2 μ l,分别点于同一薄层板上,按实验方法展开,晾干,扫描测定斑点面积积分值,以后每隔 1h 测定 1 次,结果斑点在 12h 内稳定不变。

3.2 线性关系的考察:吸取对照品溶液 1、2、3、4、5、6、7、8 μ l 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,按实验方法展开,晾干。扫描测得斑点面积积分值,以点样量对斑点面积积分

* Address: Lü Wuqing, Jiangxi Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Nanchang

值回归处理,回归方程为:

$$Y=3152.5+5362.9X,r=0.9975$$

点样量在 0.65~5.20 μ g 之间呈良好的线性关系。

3.3 精密度试验:吸取同一样品点 8 个点于同一薄层板上,各点均为 2 μ l,按实验方法展开,晾干,扫描测定斑点峰面积积分值,结果 RSD=3.9%。

3.4 回收率试验:精密称取金水宝胶囊粉末 4 份,各份约 1g,分别加入腺苷对照品 1 或 2mg,照实验方法提取、分离、测定含量,计算,回收率为 99.50%。

4 小结

4.1 薄层色谱分离是本实验的关键,加 0.05mol/L 磷酸氢二钠铺板能使腺苷分离时不拖尾,控制好薄层板湿度能使各斑点获得

最佳分离,一般活化 5~10min,温度控制在 60~80℃即可。

4.2 不同的提取方法和采用不同提取溶剂对测定的含量影响较大,用超声室温水提^[3]含量仅为 1.37mg/g,而用 50%乙醇回流最高达 1.879mg/g^[2],由于腺苷为水溶性成分,采用水回流提取,测得最高含量达 2.090mg/g。以上多种测定结果由于所用仪器不一样,要优选出最佳提取方法有待于进一步研究。

参 考 文 献

- 1 郭用庄,等.中草药,1987,18(10):8
- 2 张敏如,等.中草药,1994,25(2):77
- 3 姜丽霞,等.中成药,1993,15(5):33
- 4 章观德,等.药物分析杂志,1987,7(1):6

(1995-05-29 收稿)

Determination of Adenosin in Jinshuibao Capsule by TLC Scanning

Lü Wuqing, Long Xinhua, et al

A method for the determination of adenosin in Jinshuibao capsule by TLC scanning was reported. The adenosin was separated on silica GF₂₅₄-CMC-Na₂HPO₄ plates with chloroform-ethyl acetate-isopropylalcohol-water-aqueous ammonia(8:2:6:0.5:0.12) as mobile phase, by CS-930 dual wave length TLC scanner in the swatooth scanning mode at $\lambda_s=260\text{nm}$ and $\lambda_R=300\text{nm}$. Calibration graph was rectilinear between 0.65~5.20 μg ($r=0.9995$). The average recoveries were 99.5% ($n=3$) and the coefficient of variation was 3.7%. The method was simple, rapid and accurate.

月见草油的超临界流体萃取及质量研究

延边医学院物化教研室(延吉 133000) 崔 刚* 李春光 郑云花

摘 要 采用超临界 CO₂ 萃取技术从月见草种子中萃取月见草油,在 50℃、25MPa 时萃取率为 20%,油中 γ -亚麻酸含量为 10.6%,测定了月见草油的酸价和皂化值。

关键词 月见草油 γ -亚麻酸 超临界 CO₂ 萃取

月见草 *Oenothera biennis* L. 主要产于我国东北南部及东部山区,其种子含油率高。月

见草油药用有效成分为 γ -亚麻酸(γ -linolenic acid)^[1];具有重要的药用价值^[2~3]。

* Address: Cui Gang, Department of Physics and Chemistry, Yanbian Medical College, Yanji