

酸化对血竭中血竭素含量测定的影响

洛阳正骨研究所 (471002) 谢 艳 马克昌 谢 文

血竭素是血竭中的重要有效成分之一,血竭素的含量测定常用作血竭和含血竭的中药的质量控制标准。我们在对舒筋活血祛痛膏的血竭素测定过程中发现,对样品进行酸化处理可使血竭素的含量明显升高,因而提高了测定的灵敏度。同时,酸化可提高样品薄层板的稳定性。

1 材料

血竭对照药材购自中国药品生物制品检定所;手牌和皇冠牌血竭购自河南省医药公司。血竭素对照品购自中国药品生物制品检定所。试剂均为2级以上。CS-920薄层扫描仪,日本岛津。

2 血竭素薄层扫描测定方法

2.1 扫描条件:将血竭素高氯酸盐制成0.2 mg/mL的甲醇溶液,点于含羧甲基纤维素钠的硅胶G板上,以苯-氯仿-甲醇(2.2:1.8:0.8)为展开剂,室温展开,在486 nm处有最大吸收。

2.2 稳定性实验:将血竭素高氯酸盐标准溶液点于硅胶G板上,展开后,每10 min测定斑点面积积分值,在100 min内测定值不变。

2.3 标准曲线:精确称取血竭素高氯酸盐3.65 mg置25 mL容量瓶中,加甲醇溶解并定容。取该溶液1,2,3,4,5,6,7 μ L点于同一硅胶G板上,按上述方法展开并扫描测定斑点面积积分值。峰面积和血竭素点样量经回归分析,得回归方程为: $Y = 8.755X - 636$, $r = 0.9995$ 。血竭素高氯酸盐在0.146~1.02 μ g范围内呈线性关系。

2.4 精密度实验:取标准品溶液3 μ L点于同一薄层板上点10个点,测定结果 $RSD = 2.77\%$ 。

2.5 样品测定:称取血竭样品250 mg置于25 mL容量瓶中,加甲醇溶解并定容,用干滤纸过滤,弃去初滤液,取续滤液为未酸化供试样品。

取未酸化供试样品2 mL,加水9 mL和甲醇8 mL,再加入不同浓度高氯酸液1 mL,混匀后,于水浴上回收甲醇至尽。残留液用10 mL 10 mL 5 mL氯仿萃取,合并萃取液,蒸干溶剂,残留物用甲醇溶解并定容到5 mL为酸化供试样。

将同一种血竭的未酸化供试样和酸化供试样各4 μ L及标准品溶液2 μ L 4 μ L分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶G板上,展开后,扫描测定血

竭素斑点面积积分值,按两点法测定血竭素含量(以%表示)。

3 结果与讨论

血竭按本方法展开,色谱中有4个明显的斑点,放置24 h,在酸化的样品色谱中少一个斑点,而血竭素斑点的面积积分值明显增加。提示酸化可能使血竭素前面的斑点转化成血竭素。见图1表1。所以用酸化的方法测定的血竭素值并不能代表血竭素中血竭素的真实含量,不能以此推算血竭用量。

酸化时高氯酸的浓度对测定结果有影响,但在较宽的范围内(0.4~2.0 mol/L)没有影响,因此只有控制酸化条件,可以得到稳定的结果。见表1,2。

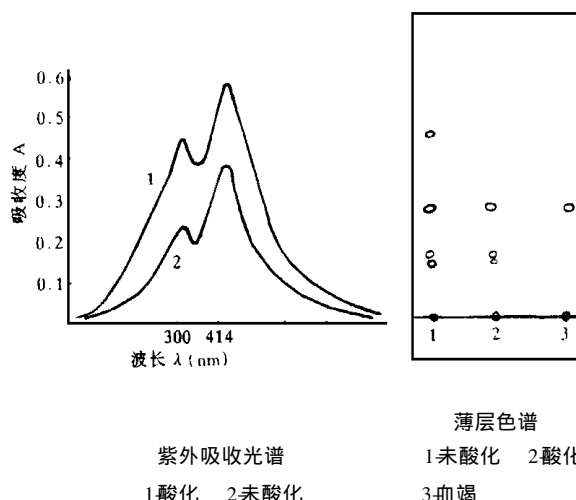


图1 酸化对血竭的影响

表1 不同浓度高氯酸酸化对血竭中血竭素含量的影响

高氯酸浓度 (mol/L)	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	2.0	4.0
面积积分值	490	733	1 125	1 880	1 868	1 920	1 945	1 708

表2 高氯酸酸化对不同品种血竭中血竭素含量的影响

品 种	不酸化血竭素含量 (%)	酸化后血竭素含量 (%)
对照药材	4.2	12.2
手 牌	1.0	4.1
皇 冠 牌	1.4	4.6

参 考 文 献

- 1 刘 杰,等.中成药,1995,17(7): 13
- 2 史晓海,等.中成药,1991,13(1): 10
- 3 聂桂花.中药通报,1988,13(10): 39
- 4 鲁 静,等.中成药,1992,14(5): 36

(1999-05-19收稿)