

薄层扫描法测定人体血液中牛磺酸的含量

郭丽仪*

(广州市医药工业研究所, 广东 广州 510240)

摘要: 目的 对人血中牛磺酸的含量测定研究。方法 用薄层扫描法。结果 方法简便、精密度高、重现性好,灵敏度可达 40 ng,平均回收率为 98.97%。结论 适合大批量样品分析,可用作体内药代动力学研究中牛磺酸的检测。

关键词: 牛磺酸;薄层扫描法;含量测定

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)03-0217-02

Determination of content of taurine in human blood by TLCS

GOU Li-yi

(Guangzhou Institute of Pharmaceutical Industry, Guangzhou Guangdong 510240, China)

Key words taurine; TLCS; determination

牛磺酸(taurine,又名牛胆碱、牛胆素)是中药牛黄(*Bos taurus domestica* Gmel.)和牛胆汁的有效成分之一。由于其具有广泛的生物学活性^[1],是多种中药制剂的主要成分,因而测定牛磺酸在机体内的血药浓度具有较大的意义。本文采用薄层光密度扫描法来检测人血中牛磺酸含量,探讨在体内药代动力学研究中更适合于大批量样品分析的方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:岛津 CS-900薄层扫描仪,美国 Drummond微量点样器。

1.2 试剂:所用试剂均为分析纯,硅胶 G(青岛海洋化工厂,分析纯),0.5%茛三酮乙醇液(取分析纯茛三酮 250 mg,加乙醇稀释至 50 mL),牛磺酸(武汉制药厂,含量 99.9%以上)。

2 方法与结果

2.1 牛磺酸对照液的制备:精密称取 0.1002 g干燥牛磺酸,置于 100 mL容量瓶中,加蒸馏水溶解,稀释至刻度,摇匀,即得 1.002 μg/mL的对照液。

2.2 薄层层析及扫描条件:吸附剂:0.2% CMC硅胶 G板,规格 12 cm×25 cm,厚 0.3 cm;展开剂:正丁醇-冰醋酸-无水乙醇-水(4:2:1:1);展开方式:上行法;展距:8~12 cm;显色剂:0.5%茛三酮乙醇液;110℃烘 8 min;牛磺酸的斑点呈色后,选择 λ_s = 513 nm,λ_R = 700 nm进行测试。

2.3 标准曲线的制备:精密称取 1.954 g牛磺酸,

置于 50 mL容量瓶中,加水溶解,稀释至刻度,吸取 20 μL于离心管中,加入 0.8 mL血浆和 10%磺基水杨酸 0.5 mL,摇匀,离心,取上清液(血清样品)。分别以 1, 2, 3, 4, 5, 6 μL点样于同一块薄层层析板上,按薄层层析条件展开,显色后扫描,测定斑点的面积积分值,经回归分析,计算得回归方程: $Y = 137698X - 14396$, $r = 0.99389$ 。

2.4 灵敏度试验:精密吸取 0.8 mL血浆,加入牛磺酸对照溶液 20 μL,再加入 10%磺基水杨酸 0.5 mL,摇匀,离心后取上清液,点样,按薄层层析条件展开,显色。结果表明,其灵敏度可达 40 ng,在 2 μL点样量下,肉眼可见其紫红色斑点。

2.5 精密度试验:分 5次各吸取“标准曲线的制备”项下的血清样品 2 μL,点样于同一薄层层析板上,按薄层层析条件展开,显色后,扫描,计算其批内 RSD为 3.8% ($n = 5$);批间 RSD为 4.8% ($n = 5$)。

2.6 回收率试验:在 3支离心管中,各加入 0.8 mL人血浆,分别加入一定量的牛磺酸标准液和 10%磺基水杨酸 0.5 mL,摇匀,离心,取上清液,以 2 μL点样,展开,显色后,扫描,扣除空白值,平均回收率为 98.97% ($n = 3$)。

3 讨论

检测牛磺酸的方法有酸碱滴定法、比色法、氨基酸自动分析仪分析法、高效液相等,但受到操作复杂、稳定性、准确性等因素影响或仪器昂贵、成本高

* 收稿日期: 2000-03-25

作者简介:郭丽仪(1963-),女,籍贯:广州,高级工程师。1984年毕业于广东医学院,现在广州市医药工业研究所。研究方向:主要进行药物合成研究及某些化学成分的分析测定,现主要从事国内外医药信息的研究。通讯地址:广州市江南大道中 134号,广州市医药工业研究所医药信息研究室,邮编:510240 电话:020-84003059

等限制,难以进行大批量样品分析。目前多数作者采用薄层光密度扫描法测定中药制剂中的牛磺酸^[2,3]。

本文采用薄层光密度测定法测定人血中牛磺酸的含量,操作方法简便,成本低,线性关系好,准确性好,灵敏度可达 40 ng,精密度高,重现性好,平均回收率为 98.97%,较适合于大批量样品分析研究,可用作体内药代动力学研究中牛磺酸的检测。

在实验中我们发现,在含有牛磺酸的血浆中加

入少量 10% 磺基水杨酸,沉淀血浆中的蛋白,然后进行层析可得较理想的结果。

参考文献:

- [1] 岳旺,张士善.牛磺酸的药理研究进展[J].药学通报,1984,19(3):42-44.
- [2] 唐盈.牛磺酸的薄层光密度测定法[J].医药工业,1987,18(7):321-322.
- [3] 刘伟华.薄层扫描法测定中药口服液体中牛磺酸的含量[J].中国实验方剂学杂志,1996,2(6):42-43.

吸附小柱-高效液相色谱法测定五味沙棘散中槲子苷的含量

刘峰群,韩晋,袁海龙,张新全,崔燕,肖小河,蔡光明,贺承山*

(解放军第302医院药学部,北京 100039)

摘要:目的 测定复方中药制剂五味沙棘散中的槲子苷。方法 大孔吸附树脂预处理样品,高效液相色谱法测定。结果 槲子苷峰面积积分值与进样量(0.13~1.30 μg)呈良好的线性关系,回归方程为: $Y = 1\,562.808\,5X + 39.977\,6$, $r = 0.999\,7$; 加样回收率 98.27%, RSD 1.10%。结论 大孔吸附树脂小柱富集中药复方制剂中的槲子苷,可排除其它成分对高效液相色谱的干扰。

关键词: 大孔吸附树脂; 高效液相色谱法; 五味沙棘散; 槲子苷

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)03-0218-02

Determination of gardenoside in WUWEISHAJI POWDER by mini adsorption column-HPLC

LIU Feng-qun, HAN Jin, YUAN Hai-long, ZHANG Xin-quan, CUI Yan,

XIAO Xiao-he, CAI Guang-ming, HE Cheng-shan

(Department of Pharmacy, No. 302 Hospital of PLA, Beijing 100039, China)

Key words macroporous adsorption resin; HPLC; WUWEISHAJI POWDER^{*}; gardenoside

* WUWEISHAJI POWDER is a Chinese herbal recipe of powder.

五味沙棘散系蒙古族验方,由沙棘膏、木香、白葡萄干、甘草、槲子等多味药材经粉碎后制成的散剂,具有清热祛痰、止咳定喘等功能,用于慢性支气管炎、肺热久嗽、喘促痰多、胸中满闷、胸肋作痛,收载于《中华人民共和国药典》2000年版。方中槲子具有泻火除烦、清热利尿、凉血解毒等作用,其所含主要成分为槲子苷,本文研究其含量测定作为控制质量的一项指标。

1 仪器、材料与试剂

大孔吸附树脂 DA-101,天津农药厂提供,粒度 20~60 目,干树脂比表面积 $\geq 400\text{ m}^2/\text{g}$; 高效液相色谱仪: 惠普 HP 1100 系统,紫外检测器; 槲子苷对

照品(中国药品生物制品检定所提供); 甲醇(色谱纯); 超纯水; 五味沙棘散(本院制剂室自制)。

2 吸附小柱制备与色谱条件

2.1 吸附小柱制备: 选取 40~60 目大孔吸附树脂适量, 95% 乙醇浸泡 24 h, 湿法装入 5 mL 酸式滴定管内, 装量以树脂沉降后上沿至滴定管刻度 3.0 mL 处为宜。以 95% 乙醇冲洗至洗脱液加等体积水不浑无色为止, 改以足量水冲洗至洗脱液不含乙醇, 备用。

2.2 色谱条件: Kromasil C₁₈ 分析柱 (5 μm, 4.6 mm × 250 mm); 流动相 甲醇-水 (35: 65); 流速 1.0 mL/min, 检测波长 240 nm; 柱温: 30 °C。

* 收稿日期: 2000-03-17

作者简介: 刘峰群 (1965-), 男, 江苏泰兴人。1986年毕业于中国人民解放军第二军医大学, 医学学士学位。现为解放军第三〇二医院药学部副主任药师。长期从事抗肝病中药新药的研究与开发, 负责制剂工艺与药物分析工作。通讯地址: 北京市丰台路 26号, 100039 电话: 010-66933230 E-mail: snaketop@263.net