

## 薄层扫描法测定金不换颗粒中丹参酮II A的含量

车晓彦

(四川省药品检验所,四川 成都 610036)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)09-0802-01

金不换颗粒是由羚羊角粉、珍珠粉、大青叶、丹参等 13味中药制成的复方制剂,具有清热解毒、凉血化瘀、软坚散结、抗癌消炎之功效,用于各种中晚期癌症。其系列制剂治疗晚期恶性肿瘤临床及实验研究曾荣获四川省科学技术进步二等奖。丹参酮II A为方中丹参所含有效成分。我们对金不换颗粒中丹参酮II A进行了含量测定。

## 1 仪器与试剂

岛津 CS-930薄层扫描仪;定量毛细管;硅胶 G(青岛海洋化工厂);丹参酮II A对照品(中国药品生物制品检定所);金不换颗粒(重庆中医肿瘤医院);所有试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:取样品 10 g,置索氏提取器中,加甲醇 50 mL回流至无色,提取液蒸干,残渣加水约 20 mL溶解,加氯仿萃取 5次(20, 20, 20, 20, 10 mL),合并氯仿液,加无水硫酸钠适量脱水,氯仿液蒸干,残渣以氯仿溶解并定容于 2 mL量瓶中,摇匀。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取丹参酮II A对照品,加氯仿制成 1 mL含 0.5 mg的溶液。

2.3 薄层色谱条件:硅胶 G板, 105℃活化 30 min;展开剂:苯-醋酸乙酯(19:1),温度 10℃~30℃,湿度 40%~60%。

2.4 薄层扫描条件:双波长锯齿扫描。选定测定波长为 465 nm,参比波长为 700 nm,狭缝 1.25 mm×1.25 mm,  $S_x=3$ 。

2.5 标准曲线的制备:精密吸取对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0  $\mu$ L,点于同一薄层板上,按上述条件展开,扫描测定。以点样量对峰面积作回归方程,  $Y=9.873.49X+6.414.09$ ,  $r=0.998.8$ ,线性范围

0.49~2.45  $\mu$ g

2.6 稳定性试验:对展开后样品中丹参酮II A斑点每隔 30 min扫描 1次,结果样品在 2 h内是稳定的,  $RSD=1.0\%$ 。

2.7 精密度试验:同一浓度的样品在同一薄层板上不同位置或不同薄层板上依法点样展开,扫描测定,结果前者  $RSD=1.4\%$  ( $n=5$ ),后者  $RSD=3.8\%$  ( $n=3$ )。

2.8 空白试验:按处方比例制成不含丹参的金不换颗粒,按样品制备法制备及测定,阴性对照无干扰。

2.9 回收率试验:在已知含量的样品中,分别精密加入丹参酮II A对照品氯仿溶液(0.2 mg/mL) 2 mL,按上述方法测定,计算回收率。结果为 96.5%,  $RSD=2.46\%$  ( $n=5$ )。

2.10 样品测定:精密吸取供试品溶液 4  $\mu$ L,对照品溶液 2.4  $\mu$ L,分别交叉点于同一薄层板上,依法测定,用外标两点法计算,测得 3批样品丹参酮II A含量分别为 0.084, 0.064, 0.070 mg/g。

## 3 讨论

基层单位多数不具备高效液相色谱仪,给检测带来很大局限。本文未采用荧光扫描法,因丹参酮II A在日光下显红色,宜定位,在 465 nm波长处有最大吸收,阴性样品在此波长处无干扰。利用待测组分本身具有的色泽定位,避免了 TLC中因显色不均对结果的影响,提高了准确度。用该法测定金不换颗粒中丹参酮II A的含量,方法快速、准确,为含丹参制剂的质量控制提供了依据。

## 参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2000.
- [2] 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.

收稿日期:2000-12-21

作者简介:车晓彦(1969-),女,四川乐山人,现任四川省药品检验所中药室主管药师,硕士,主要从事中药学研究。Tel (028) 7536405; 7529928, M: 13658069709