

薄层荧光扫描法测定参茸近视 康复片中藁本内酯的含量

赵志鸿 刘晨江 吴 玉(河南省医学科学研究所 郑州 450052)

摘要 样品经甲醇提取,在硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60~90 C)—乙酸乙酯(9.5 : 0.5)展开,激发波长 $\lambda_{EX}=313\text{nm}$,线性范围 $1\sim 8\mu\text{g}$,平均回收率 101.3%,RSD=3.2%。

关键词 参茸近视康复片 藁本内酯 薄层荧光扫描法

Determination of Ligustilide Content in Senrong Jinshikangfu Tablet by TLCSF Scanning

Zhao Zhihong, Liu Chenjiang and Wu Yu

(Henan Institute of Medical Sciences, Zhengzhou, 450052)

Abstract: Ligustilide in the samples was isolated with methanol, and then, the extract was developed on thin-layer plates of gel G with the mobile phase consisting of petroleum ether (60~90°C)–ethylacetate (9.5:0.5). Determinations were carried out with Shimadzu CS-930 TLC scanner with $\lambda_{EX}=313\text{nm}$. The linear range was 1~8 μg and average recovery of ligustilide from the samples was 101.3% with RSD=3.2%

Key words: Senrong Jinshikangfu Tablet, Ligustilide, TLCSF Scanning

参茸近视康复片〔豫卫药健字(1993)Z-37号〕是由人参、黄芪、当归等19味中药组成的纯中药制剂。具有益气养血,滋补肝肾,调和阴阳,活血明目之功效,主要用于治疗青少年近视。目前青少年近视发病率呈上升趋势,参茸近视康复片是具有较好疗效的新药。其中当归具有活血和降低眼压作用^[1],是该药有效药味之一,而藁本内酯是当归主要有效成分,我们采用薄层荧光扫描法测定参茸近视康复片中藁本内酯含量,方法重现性好,简便,灵敏,可靠。现报道如下:

1 仪器与试剂 岛津CS-930型双波长薄层扫描仪(日本岛津);紫外分析仪(254nm,365nm)(日本岛津);定量毛细管(Drummond Co. USA);硅胶G预制板(青岛海洋化工厂分厂);藁本内酯对照品(自制。其红外光谱、核磁共振光谱、质谱数据与文献一致,纯度98.7%);参茸近视康复片(郑州豫新制药股份有限公司);其他试剂均为分析纯级。

2 实验方法与结果

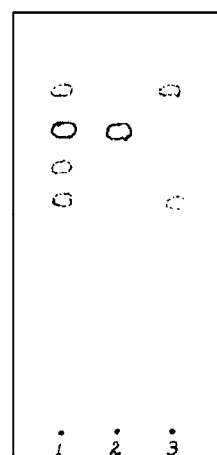
2.1 样品溶液的制备 取本品40片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称出细粉适量(约相当于20片的重量)置具塞锥形瓶中,精密加甲醇20ml,轻轻摇匀,称重,于室温放置15小时,再称重,补足失去甲醇量,充分振摇,静置,滤过,取续滤液作为样品溶液。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取藁本内酯对照品,加乙醇制成每1ml含0.8mg的溶

液,作为对照品溶液。

2.3 薄层层析与扫描条件 薄层板为硅胶G预制板,展开剂为石油醚(60~90°C)-乙酸乙酯(9.5:0.5),上行展开,展距15cm,紫外365nm检视定位,见附图。薄层荧光扫描法,线性扫描,激发波长 $\lambda_{EX}=313\text{nm}$,发射滤光片1号,SX=3,狭缝1.2×1.2mm,线性化器关闭。

2.4 线性关系考察 取对照品溶液2,4,6,8,10 μl ,点于同一薄层板上,展开,扫描,以所测得斑点面积积分值对点样量进行线性回归,回归方程 $Y=414\ 785x+971$, $r=0.999\ 3$ 。线性范围1 μg ~8 μg 。



附图 参茸近视康复片薄层层析图谱

1. 参茸近视康复片样品
2. 藁本内酯对照品
3. 空白制剂对照

2.5 精密度试验 在同一薄层板上点5个

相同量(2 μ l)的对照品斑点,展开并扫描,峰面积($\bar{x} \pm s$)为 662 879 \pm 18 433.8, RSD 为 2.8%。

2.6 稳定性试验 取对照品溶液 1, 2, 4, 6, 8 μ l 分别点于同一薄层板上,展开,分别间隔一定时间扫描一次,持续 24 小时,藁本内酯在薄层上 2 小时之内稳定,2 小时以上测得值逐渐降低,点样量越大变化越显著。

2.7 样品测定 取样品溶液 5 μ l,对照品溶液 2 μ l,交替点于同一薄层板上,展开,外标一点法,扫描,以样品斑点和对照品斑点面积积分值计算含量。测定样品 5 批,结果见表 1。

2.8 回收率试验 精密称取本品细粉 2 等份(每份约相当于 20 片的重量),分别置具塞锥形瓶中,1 份精密加甲醇 20ml,藁本内酯对照品溶液(0.8mg/ml)1ml;另 1 份精密加甲醇 21ml,2 份分别按样品溶液制备和样品测定方法进行提取,配制,含藁本内酯量测定,计算其加样回收率,平行做 5 组,平均回收率为 101.3%,RSD=3.2%。见表 2。

3 讨论

对人参、黄芪、当归等进行薄层色谱分析,发现样品中人参、黄芪的有效成分难以提纯,相互之间干扰大,难分离,不宜含量测定。当归有活血和降低眼压作用,其中成分藁本内酯易提纯,通过调整展开系统,薄层以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(9.5:0.5)展开后,藁本内酯斑点与其他成分斑点分离效果好,干扰小。藁本内酯比当归中另一成分阿魏酸在当归药材中含量高,稳定性好(阿魏酸含

表 1 参茸近视康复片中藁本内酯含量测定结果

| 样品批号 | 称样量(g) (相当 20 片重) | 藁本内酯含量* (mg/片) | RSD(%) |
|---------|----------------------|-------------------|--------|
| 910 508 | 6.401 2 | 0.103 | 1.7 |
| 910 512 | 6.088 1 | 0.107 | 2.5 |
| 910 516 | 6.364 5 | 0.093 | 2.0 |
| 910 520 | 6.312 9 | 0.106 | 1.9 |
| 910 524 | 6.195 3 | 0.104 | 2.7 |

* 四次测定平均值

表 2 回收率试验结果

| 组号 | 加入量 (mg) | 样品测 得值(mg) | 加样测得 值(mg) | 加样回 收率(%) | 加样回收 率均值(%) | RSD (%) |
|----|-------------|---------------|---------------|--------------|----------------|------------|
| 1 | 0.797 | 2.312 | 3.121 | 101.5 | | |
| 2 | 0.797 | 2.212 | 2.978 | 96.1 | | |
| 3 | 0.797 | 2.196 | 3.032 | 104.9 | 101.3 | 3.2 |
| 4 | 0.797 | 2.148 | 2.953 | 101.0 | | |
| 5 | 0.797 | 2.248 | 3.070 | 103.1 | | |

量:0.094%,0.5 小时内稳定^[2];藁本内酯含量 0.60%,2 小时内稳定^[3]),而且藁本内酯为荧光物质,可用薄层荧光扫描法检测,灵敏度高。所以选择测定样品中藁本内酯含量做为该药质控标准。

比较了冷浸,热提,超声振荡等提取方法以及甲醇冷浸时间与藁本内酯提得量之间的关系,考虑多种因素后认为:冷浸法更为简便,测定干扰小,甲醇冷浸 15 小时比较合适。

参考文献

- [1]山田阳城.国外医学植物药分册 1993;8(3):116
- [2]吕瑞绵等.中草药 1980;11(9):395
- [3]吕瑞绵等.药学报 1980;15(6):371

(收稿:96-06-27)