

升白康冲剂中齐墩果酸的含量测定

杨 云 王浴铭(河南中医学院 郑州 450003)

钱秀中(周口地区中医院 周口市 466000)

升白康冲剂由女贞子、当归、黄芪、补骨脂、附子、枸杞子等药物组成,临床用于防治肿瘤病人因放、化疗引起的白细胞减少症,效果良好。现代研究表明,齐墩果酸是女贞子中

升高白细胞的有效成分^[1]。因此,采用薄层扫描法测定其含量,以控制产品内在质量。

1 仪器、药品与试剂

日本岛津 CS-930 薄层扫描仪;定量毛

细管(2 μ l, Drummond); 升白康冲剂(驻马店地区制药厂生产); 齐墩果酸对照品(中国药品生物制品鉴定所); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 其他试剂均为分析纯。

2 实验方法及结果

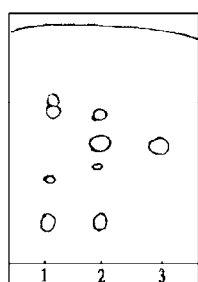
2.1 对照品溶液的制备 精密称取齐墩果酸对照品 10.50mg, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2 供试品溶液及缺女贞子阴性对照液制备 取升白康冲剂研细, 过筛, 取约 0.5g, 精密称定, 置具塞三角瓶中, 精密加入 10ml 甲醇, 轻轻振摇并称量, 放置过夜, 再称重, 用甲醇补足至原重量, 滤过, 弃去初滤液, 续滤液作为供试品溶液; 另按制备工艺制备缺女贞子阴性对照药, 并按上法制备成缺女贞子阴性对照液。

2.3 薄层层析及显色方法 硅胶 G 加 0.5% 羧甲基纤维素钠常规制板, 活化, 厚度 0.5mm; 展开剂用环己烷: 丙酮: 醋酸乙酯: 冰乙酸(12: 3: 1: 0.1), 展前饱和 1h; 显色剂用 5% 磷钼酸乙醇液, 喷洒后 100 $^{\circ}$ C 加热 5min。

2.4 薄层扫描条件 $\lambda_s = 680\text{nm}$, $\lambda_R = 400\text{nm}$, 双波长反射法锯齿扫描, 狭缝 1.2 \times 1.2, $SX = 3$ 。

2.5 阴性对照实验 取供试品溶液, 缺女贞子阴性对照液及齐墩果酸对照品溶液各 6 μ l, 分别点于同一块薄层板上, 按前述条件展开、显色, 结果表明, 供试品溶液在与齐墩果酸对照品相应位置上有相同斑点, 缺女贞子阴性对照液无此斑点, 见下图。



阴性对照实验薄层层析图

1. 缺女贞子阴性对照液
2. 供试品溶液
3. 齐墩果酸对照品溶液

2.6 线性化范围实验 精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10、12 μ l, 分别点于同一块薄层

板上, 按所选条件展开、显色、扫描测定, 以峰面积积分值为纵坐标, 点样量为横坐标进行回归, 在 0.42 μ g~2.52 μ g 范围内, 线性关系良好。回归方程 $Y = -90.256 + 6718.283x$, $r = 0.9973$ 。

2.7 稳定性实验 吸取供试品溶液点于薄层板上, 按拟定的含量测定方法测定, 每隔 15min 扫描 1 次, 取 3h 测定结果, 经统计学处理, $RSD = 2.1\%$ 。

2.8 精密度考察 同一供试液点相同量于同一薄板上, 测定, $RSD = 1.91\%$; 同一供试液点相同量于 5 块薄层板上, 测定, $RSD = 2.7\%$ 。

2.9 重复性实验 对同一批样品按拟定的方法进行多次测定(提取 5 份样品, 制得供试液, 分别点于 5 块薄层板上, 测定, $RSD = 3.86\%$ 。

2.10 回收率实验 精密吸取对照品溶液 1ml、2ml (0.3628mg/ml), 分别加入已知含量的 0.5g 升白康冲剂中, 再精密加入甲醇 9ml、8ml, 照供试品溶液制备项下提取, 精密吸取此液 6 μ l 点于薄层板上, 同板点加对照品溶液, 依前法测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 回收率实验结果

编号	对照品加入量(mg)	供试品含量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	0.7259		2.304	102.70		
2	0.7259		2.314	103.97		
3	0.7259	1.559	2.278	99.00	101.5	2.8
4	1.4512		2.981	98.00		
5	1.4512		3.070	104.10		

2.11 样品含量测定 精密吸取供试品溶液 6 μ l, 对照品溶液 4 μ l、2 μ l, 交替点于同一块薄层板上, 依法测定, 以外标两点法计算含量, 结果见表 2。

表 2 升白康冲剂中齐墩果酸的含量(mg/g)

批号	950304	950604	960103
含量*	1.768	1.559	1.780

* $n = 4$

3 讨论

齐墩果酸的含量测定, 文献报道有比色

法^[2],薄层-比色法^[3]、薄层扫描法^[4],比色法仅适合于原药材或单味药制剂,薄层-比色法操作繁琐,用本实验的分离条件及显色方法,采用薄层扫描法,在普通硅胶 G 板上,可获得极佳的分离及测定结果。

齐墩果酸为三萜酸类成分,常用的显色剂有 10~50%硫酸,无水乙醇:乙醚:浓硫酸(10:1:1),5~25%磷钼酸乙醇等,经对比考察,发现 5%磷钼酸乙醇显色灵敏度高、稳定性好,底色较浅,是三萜酸类成分较适宜的显色剂。

参考文献

- 1 戴培兴,陈玲,蓝树彬. 女贞子中的升白细胞有效成分的实验研究. 中成药研究,1982,(1):42
- 2 陈明珠. 齐墩果酸片的比色测定. 中草药,1981,12(9):13
- 3 沙世炎,徐礼燊. 中草药有效成分分析法(下册),北京:人民卫生出版社,1984. 54
- 4 刘美兰,王晶,吴松吉. 不同产地的女贞子中齐墩果酸的含量比较. 中草药,1990,21(6):20

(收稿:1997-11-11)