

水飞蓟宾硼酸钠的含量测定

康怀萍(河北科技大学化学与制药工程学院,河北 石家庄 050018)

摘要:目的 为了测定水飞蓟宾单磷酸酯钠的含量。方法 采用 TLC 法将水飞蓟宾和水飞蓟宾硼酸钠分离,用紫外分光光度法测定水飞蓟宾硼酸钠的含量,测定波长 288nm。结果 线性范围 3~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$,平均回收率为 98.90%,RSD 1.13%。结论

本法能有效消除水飞蓟宾对测定的干扰,准确测定水飞蓟宾硼酸钠的真实含量。

关键词:水飞蓟宾;水飞蓟宾硼酸钠;薄层色谱-紫外分光光度法;定量测定

水飞蓟宾(silybin)是菊科植物水飞蓟 silybum marianum L. 果实中的主要有效成分,有很好的保肝作用,治疗各种肝炎肝硬化。国内对其化学研究与临床应用也有不少报道。

由于水飞蓟宾难溶于水,因而影响其临床应用。经药理及临床实验使用证明,其水溶性衍生物疗效较母体为好^[1,2]。水溶性衍生物有葡甲胺盐已用于临床,另有报道水飞蓟宾硼酸钠(SBS)水溶性衍生物的研究^[3],它的含量测定未见报道。水飞蓟宾及其衍生物的含量测定多采用 HPLC 法和薄层扫描法^[4],两种方法对设备要求较高。本实验根据 SBS 的紫外吸收特征,对 SBS 的含量进行测定。由于 SBS 中可能含有未反应的水飞蓟宾,它与 SBS 的紫外吸收很接近^[5],直接测定结果往往偏高,误差较大。本实验采用薄层色谱-紫外分光光度法,能避免杂质干扰,较准确地测定 SBS 的含量。

1 仪器与试剂

UV-2001 型紫外分光光度计(日本岛津),SBS 对照品(自制),SBS 样品(河北科技大学制药实验室制备),硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂);试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 SBS 对照品的制备

2.1.1 薄层色谱条件

吸附剂:硅胶 GF₂₅₄(20cm \times 20cm,110 $^{\circ}\text{C}$ 活化 1h);展开剂 氯仿-甲酸-甲醇(25:10:7)。

2.1.2 SBS 对照品的制备

取 SBS 样品适量,加甲醇制成 10mg/mL 的溶液,点样、展开、显色,结果:①水飞蓟宾:Rf=0.65~0.7 为紫色斑点。②SBS:在原点未移动,为紫色斑点。将薄层板中 SBS 位置的硅胶小心用刮刀刮下,装入洗脱柱中,用甲醇洗脱,回收甲醇,得 SBS 对照品。

2.2 测定波长的选择

精密称取 SBS 对照品适量,制成 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲醇溶液,以甲醇溶液为空白,在 200~400nm 波长范围内扫描,绘制紫外吸收光谱。SBS 在 288nm 处有最大吸收峰。

2.3 标准曲线绘制

精密称取 SBS 对照品适量,制成 75 $\mu\text{g}/\text{mL}$,然后精密吸取该溶液 1.2,3.0,5.0,6.5 和 8.0mL 分别置于 25mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,以甲醇溶液为空白,在 288nm 处测定吸收度,以浓度(C)对吸收度(A)作标准曲线,结果表明,SBS 浓度在 3~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与吸收度呈良好线性关系。

检出限 $\geq 0.5\mu\text{g}/\text{mL}$

2.4 稳定性试验

取做标准曲线的 15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液于室温下放置 0,20,40,60,90,120min 测定吸收度,分别为 0.571,0.570,0.571,0.571,0.571,0.573,可见 SBS 在 60min 内吸收度无明显变化。

2.5 样品测定

取不同批号干燥置恒重的 SBS 样品,精密称定,加甲醇制成每含 25mg/mL 的溶液,精密吸取 10 μL ,按 SBS 对照品的制备方法项下的薄层色谱条件,以条状点于薄层板上,吹干,

作者简介:康怀萍(1960),女,副教授,主要从事药物中间体合成和分析

置层析缸饱和 30min, 展开, 晾干, 在 254nm 的紫外灯下, 刮取含 SBS 斑点和相同面积的空白硅胶, 分别置于小烧杯中, 加适量甲醇, 用玻璃棒搅拌 1min, 置于 40℃ 水浴中保温 20min, 并时时搅拌, 过滤, 用甲醇稀释, 定容至 25mL。于 288nm 波长处测定吸收度, 以空白硅胶洗脱液作对照, 由标准曲线计算 SBS 的百分含量, 结果三批样品的含量分别为 96.34%, 97.44%, 98.16%。

2.6 回收率试验

精密称取 3 份已知含量的 SBS 各 125mg, 分别置 10mL 容量瓶中, 各精密加 SBS 对照品 125mg, 甲醇定容, 按“2.1”项下方法点样 10 μ L 并进行分离, 按“2.5”项下测定, 测得平均回收率分别为 98.61%, 99.35% 及 98.74%, RSD 分别为 1.3%, 1.0% 及 1.1%, $n=3$ 。

3 小结

(1) 由于 SBS 分子为钠盐极性大, 用氯仿-甲酸-甲醇 (25mL: 10mL: 7mL) 系统展开时在原点未动。刮下后经甲醇洗脱, 处理得 SBS 对照品。

(2) 图 2 中样品浓度与吸收度在 3 ~ 20 μ g/mL 范围为直线关系, 符合 $A = ECL$, 故可由标准曲线计算含量。

(3) 考察了不同质量的空白硅胶的吸收度与硅胶质量不成比例的关系, 操作时刮取面积大致相同的空白硅胶即可。

参考文献

- [1] 陈新谦, 金有豫. 新编药理学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1992. 317.
- [2] 张时行, 吴知行. 水溶性水飞蓟宾及其制剂的制备和质量标准[J]. 药学通报, 1984, 19(1): 7.
- [3] 方秀如, 聂珍媛. 水飞蓟宾合硼酸钠的制备及初步药理实验[J]. 医药工业, 1988, 19(2): 57.
- [4] 定天明, 施蕴华, 田颂九. 水飞蓟主要有效成分分离与分析方法概述[J]. 中草药, 1999, 30(8): 637.
- [5] 浙江省药品标准[S]. 1993 年版 202.

收稿日期: 2004-07-19