

富,分别达到 3.0%~12.1%和 4.2%~9.7%。作者建议在质量标准中增加“折光率”一项,以保证淡水鱼油中的不饱和脂肪酸的含量。当然,折光率和相对密度的范围还需经大量样本的测试来确定。

3.4 EPA 与 DHA 的含量:文献<sup>[7]</sup>报道的这 3 种鱼油中 EPA 与 DHA 的含量是粗鱼油的含量,按粗鱼油到纯 PUFA 的收率是 50%计,这 3 种鱼油 EPA 与 DHA 的含量为:鳊鱼 1.68%,草鱼 1.96%,鲢鱼 27.42%。本实验中鳊鱼的 EPA+DHA 含量与之十分相近,而草鱼与鲢鱼却低得多,其原因还待研究。据(日)铃木平光报道,鳕鱼和鲤鱼中 EPA 与 DHA 的含量分别为 10.98%及 8.99%<sup>[8]</sup>,由此看来,淡水鱼油中这 2 种活性物质的含量均较低。

3.5 淡水鱼油的降胆固醇作用:经初步动物

试验,这 3 种淡水鱼油的 PUFA 的等量混合物以 2.5g/kg·d 给小鼠 ig,连续 10d,结果表明能降低食钾性高脂血症小鼠的血清总胆固醇,与对照组相比,有显著差异( $P < 0.05$ )。

致谢:江苏无锡第六制药厂沈婷婷等同志完成 EPA 与 DHA 含量测定,深表感谢。

#### 参考文献

- 1 俞鲁礼,等.海洋渔业,1991,(4):158
- 2 郭学平,等.海洋药物,1988,(3):4
- 3 万新祥,等.中国海洋药物,1991,(4):12
- 4 上海市药品标准.1980版上册.193
- 5 浙江省药品标准.1993.395
- 6 刘玉芳.水产学报,1991,(2):169
- 7 俞鲁礼,等.水产学报,1994,(3):199
- 8 铃木平光著,叶桂芬译.吃鱼健脑.北京:农业出版社,1992.120

(1996-05-14 收稿)

## Preliminary Studies on the Extraction and Purification of Poly-unsaturated Fatty Acid from Fresh-water Fish Oil and its Medicinal Quality Standard

Zhou Gannan,Zhang Kangxuan,et al

Methods for the extraction and purification of poly-unsaturated fatty acid (PUFA) from visceral oil of three fresh-water fish (bream, grass carp and silver carp) were studied. It was suggested that the medicinal quality standard of PUFA could be laid down by referring to the quality standard of Acidum Morrhuicum.

## 参菊粉刺露质量标准的研究

山东省中医药研究所(济南 250014) 张玲\* 时廷增 徐新刚 单卫华 李昭霞

**摘要** 采用薄层层析法对制剂中菊花、白芷、白鲜皮、苦参进行了定性鉴别,应用薄层扫描法对苦参碱进行了定量测定,方法简便,专属性强,重现性好,提示上法可用于对该制剂的质量检查。

**关键词** 参菊粉刺露 薄层层析 薄层扫描 苦参碱

参菊粉刺露由苦参、菊花、蒲公英、地肤子、防风、荆芥、白芷、白鲜皮、透骨草等 13 味

中药制成的外用涂擦剂,具有杀菌、抗炎、止痒、止痛之功效,用于男女青春期痤疮。由于

\* Address: Zhang Ling, Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

本品为水溶液制剂,所含药味多,组方大,成分复杂,干扰因素较多,质量分析工作难度很大。为保证制剂质量,对粉刺露进行了薄层鉴别研究,并对苦参碱进行了含量测定。方法简便、专属性强,重现性好,可用作参菊粉刺露的质控标准。

## 1 材料及仪器

仪器:CS-920 薄层扫描仪(日本岛津公司)。PBQ- I 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);定量毛细管(美国 Drummond 厂)。

标准品:苦参碱对照品由中国药品生物制品检定所提供。

参菊粉刺露样品:本所自制,批号为 931211、931017、940503。

药品:菊花、白鲜皮、白芷对照药材购自济南药材站。(经本所生药室彭广善研究员鉴定符合药典标准)。

试剂:均为分析纯。

## 2 薄层板的制备与处理

取硅胶 G,加 0.2% 的 CMC-Na,自动铺板器铺成 20cm×20cm×0.03cm 的薄层板。

## 3 样品供试液及对照药材溶液的制备

3.1 取粉刺露 20ml,加乙醚提取 3 次,(10、10、10ml),挥去乙醚,残渣用乙醇 1ml 溶解,作为供试液(I);另取菊花 2g,加水 40ml,加热,提取 30min,过滤,滤液加乙醚提取 3 次,余下按供试液(I)操作,作为对照药材液(I);另取缺菊花阴性粉刺露 20ml,按供试液(I)方法制成阴性对照液(I)。

3.2 取粉刺露 10ml,加氯仿提取 3 次(10、

8、8ml),挥去氯仿,残渣用乙醇 1ml 溶解,作为供试液(II);另取白芷 2g,加乙醇 20ml,加热回流提取 20min,将乙醇浓缩至 1ml,为对照药材液(II);取缺白芷阴性粉刺露 10ml,按供试液(II)方法制成阴性对照液(II)。

3.3 取粉刺露 20ml,加氨水调 pH 至 9,氯仿提取 3 次(10、10、10ml),挥去氯仿,残渣用醋酸乙酯 1ml 溶解,作为供试液(III),另取白鲜皮 2g,加氯仿 20ml,加热回流提取 30min,过滤,滤液挥去氯仿,残渣用醋酸乙酯 1ml 溶解,作为对照药材液(III);另取缺白鲜皮阴性粉刺露 20ml,按供试液(III)方法制成阴性对照液(III)。

3.4 取粉刺露 10ml,加氨试液调 pH 至 9,加氯仿提取 3 次(10、8、8ml),挥干氯仿,残渣加乙醇溶解并定容至 5ml 量瓶中,作为供试液(IV);另取 105℃干燥至恒重的苦参碱对照品 1mg,加乙醇溶解,并定容至 1ml,作为对照品溶液;另取缺苦参阴性粉刺露 10ml,按供试液 IV 方法制成阴性对照液(IV)。

## 4 薄层定性鉴别

4.1 菊花的鉴别:分别吸取供试液(I)、阴性对照液(I)各 6μl,对照药材液(I)4μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-氯仿-醋酸乙酯-甲酸(3:1.5:2:0.3)为展开剂,上行展开,展距 10cm,取出,晾干,喷以 5%香草醛浓硫酸显色,105℃烘 10min,供试品色谱中,在对照药材相应的位置上,显相同颜色的斑点。结果见图 A。

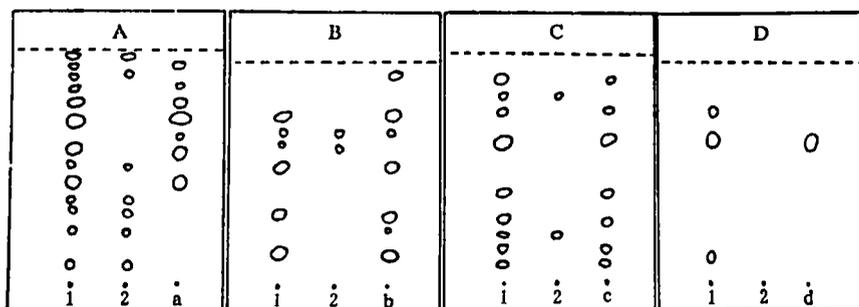


图 药材薄层鉴别图

• 658 • A-菊花 B-白芷 C-白鲜皮 D-苦参 1-粉刺露 2-阴性对照 a、b、c 为对照药材 d 为苦参碱

4.2 白芷的鉴别:分别吸取供试液(I)、对照药材液(I)、阴性对照液(I)各4 $\mu$ l,点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯(7:3)为展开剂,上行展开,展距10cm。取出,晾干,置紫外灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材相应位置上,显相同颜色的荧光斑点。结果见图B。

4.3 白鲜皮的鉴别:分别吸取供试液(II)、对照药材液(II)、阴性对照液(II)各4 $\mu$ l,点于同一硅胶G薄层板上,层析缸内加氨饱和30min后,以苯-丙酮(9:1)为展开剂,上行展开,展距10cm。取出,晾干,置紫外灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置显相同颜色的荧光斑点。结果见图C。

4.4 苦参的鉴别:分别吸取供试液(IV)、阴性对照液(IV)各2 $\mu$ l,苦参碱对照液4 $\mu$ l,点于同一硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-丙酮-苯-氨水(4:3:2:0.2)为展开剂,上行展开,展距10cm。取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液显色,冷风吹干,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的斑点。结果见图D。

## 5 苦参碱的含量测定

5.1 薄层扫描条件:反射式单波长锯齿形扫描; $\lambda_s = 520\text{nm}$ ,线性参数 $S_x = 3$ ;狭缝 $1.2\text{mm} \times 1.2\text{mm}$ ;扫描速度 $20\text{mm}/\text{min}$ ,纸速 $20\text{mm}/\text{min}$ 。

5.2 标准曲线的绘制:精密吸取1、2、3、4、5 $\mu$ l的苦参碱对照溶液(1mg/ml),点于同一硅胶G薄层板上,按苦参薄层鉴别项下条件展开,显色,扫描,测得吸收曲线。回归方程 $Y = 1750X - 670$ , $r = 0.9994$ ,表明苦参碱在1~5 $\mu\text{g}$ 范围内呈良好的线性关系。

5.3 稳定性实验:吸取苦参碱对照液2 $\mu$ l,点于薄层板上,按定量条件展开,显色后扫描,每隔30min再扫描一次,结果表明,苦参碱斑点在3h内稳定。

5.4 精密度实验:同一斑点连续扫描5次,测得变异系数 $RSD = 0.57\%$ ;同一薄层板5个相同量的各对照品溶液,测得面积,计算变异系数 $RSD$ 在 $1.97\% \sim 2.89\%$ 之间。

5.5 样品分析:精密吸取供试液(IV)2 $\mu$ l,苦参碱对照品溶液2.4 $\mu$ l,点于同一硅胶G薄层板上,按上述方法测定苦参碱含量(外标二点法),结果见表。

表 粉刺露中苦参碱含量

批号	苦参碱含量(mg/ml)				
	1	2	3	$\bar{x}$	RSD(%)
931211	8.91	9.03	8.97	8.97	0.67
931017	8.54	8.75	8.83	8.71	1.72
940503	8.98	9.08	9.01	9.02	0.57
苦参药材(%)	3.67	3.75	3.77	3.73	1.42

\*以上数据为3次平行实验平均值,每次 $n = 3$

5.6 回收率实验:精密吸取供试液(IV)3份,分别加入精密称定的苦参碱对照品,依法测定,平均回收率 $= 96.41\%$ , $RSD = 2.18\%$ 。

## 6 讨论

目前有关菊花水溶部分的薄层分离报道较少,关于白鲜皮的薄层定性鉴别尚未见报道。本文4种药材的薄层鉴别结果表明,各检出成分不受样品中其它君药的干扰,专属性强,稳定性、重现性均好,并为白鲜皮、菊花药材的薄层鉴别提供了实验依据。

白鲜皮的薄层鉴别,展开后药材显7个清晰圆整的斑点;粉刺露样品液曾试用供试液(I)及供试液(IV)点样展开,均显十几个斑点,干扰鉴别;经试验,采用加氨水调样品液pH至9,氯仿提取后,残渣以醋酸乙酯溶解,结果满意。

苦参碱的含量测定方法,较《中国药典》1990版一部“苦参”药材鉴别4项的展开条件,本文采用的条件具有分离效果好,斑点清晰圆整,无需二次展开的优点,并且有较好的准确度和精密度,适用于苦参及其它含苦参制剂中苦参碱的测定。

(1996-01-08 收稿)

Shenjufencilu (SFL) is a liniment prepared from *Dendranthema morifolium*, *Angelica dahurica*, *Sophora flavescens*, *Dictamnus dasycarpus* and a number of other herbal medicines for the treatment of puberal acne. The presence of the above four constituents was identified by TLC and the content of matrine, the active principle from *Sophora flavescens* was determined quantitatively by TLC scanning, to establish the quality standard of SFL. The methods were simple, sensitive, reproducible and accurate.

## 糙叶败酱多糖的含量测定

甘肃省医学科学研究院(兰州 730050) 杨建萍\* 何福江 李洪刚

**摘要** 用分光光度法,经苯酚-硫酸显色,于波长 490nm 处测定了糙叶败酱多糖的含量为 1.50%。

**关键词** 糙叶败酱 多糖 分光光度法 含量测定

糙叶败酱 *Patrinia scabra* Bunge. 为败酱科败酱属植物,异名箭头风,俗称脚汗草。药用其根,民间用于治伤寒、温症、跌打损伤、妇女崩中、赤白带下等症;对艾氏腹水癌细胞有抑制及杀伤作用<sup>[1~3]</sup>;对急性白血病细胞毒作用显著<sup>[4]</sup>,并有升高血小板作用<sup>[5]</sup>等。

近年来,我们对糙叶败酱根中的多糖、皂甙、挥发油<sup>[6]</sup>等化学成分进行了研究,发现多糖和皂甙部分均具有一定的抑制癌细胞生长、升白和升血小板的作用。目前,尚未见到糙叶败酱多糖的研究报道,我们采用苯酚-硫酸法<sup>[7]</sup>测定了其多糖的含量。

### 1 实验部分

1.1 仪器与药品:岛津分光光度计 UV-120-02;葡萄糖(无水),AR;DA101 大孔树脂。

1.2 样品来源:从甘肃省药材公司购得,经甘肃省药品检验所韩毅生主任药师鉴定为糙叶败酱。

1.3 多糖的提取与分离:称量粉碎的糙叶败

酱根 100g(做两份平行实验)用常水浸泡一夜,煎煮 4 次,每次 2h,合并水煎液,过滤,将滤液通过 DA101 大孔树脂柱,接收液置水浴上浓缩,待浓缩液放冷后,搅拌下缓缓加入乙醇,使析出沉淀,乙醇加至无沉淀析出为止。静置过夜,倾出上清液。向沉淀中加入蒸馏水,使溶解,过滤,滤液置水浴上浓缩。重复以上操作,使析出沉淀,将沉淀物自然挥散至干,待配制样品溶液。

### 1.4 多糖的含量测定

1.4.1 标准曲线:精密称量 105℃下干燥至恒重的葡萄糖 0.0300g 置 250ml 容量瓶中,加蒸馏水溶解,稀释至刻度,制成标准溶液。精密吸取标准溶液 0(空白)、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ml 分置于 10ml 容量瓶中,加蒸馏水至 2.0ml,加 5%的苯酚溶液 1.0ml,浓硫酸 5.0ml,摇匀,于沸水浴中加热 15min,冷却,于 490nm 波长测定吸收度值。经回归处理,得直线方程  $A = 0.6440 - 9.8 \times 10^{-3}V$ ,  $r = 0.9897$ ,式中 A 表示吸收度,V 表示葡萄糖

\* Address: Yang Jianping, Gansu Provincial Academy of Medical Sciences, Lanzhou