

· 药剂与工艺 ·

## 扶正抑瘤颗粒中总多糖的含量测定研究

王宇环, 曾白林, 霍泳宁, 丰衍增\*  
(江苏省中医药研究院, 江苏 南京 210028)

**摘要:** 目的 测定扶正抑瘤颗粒中总多糖的含量。方法 采用苯酚-硫酸法测定。结果 扶正抑瘤颗粒中总多糖含量为 3.0%, 该方法线性关系良好 ( $r=0.9988$ ), 平均回收率为 97.95%,  $RSD$  为 1.85%。结论 该方法简单、准确和重现性好, 可作为该制剂的质量控制指标。

**关键词:** 扶正抑瘤颗粒; 总多糖; 苯酚-硫酸法

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1076-02

## Determination of total astragaloside in FUZHENG YILIU GRANULES

WANG Yu-huan, ZENG Bai-lin, HUO Yong-ming, FENG Yan-zeng

(Jiangsu Academy of TCM, Nanjing, Jiangsu 210028, China)

**Abstract Object** To determine the content of total astragaloside in FUZHENG YILIU GRANULES.

**Methods** The determination was performed by phenol-sulfuric acid method. **Results** The content of total astragaloside in FUZHENG YILIU GRANULES was 3.0%, the linearity of this method was quite satisfactory ( $r=0.9988$ ), and the average recovery rate was 97.95%,  $RSD=1.85\%$ . **Conclusion** This method was simple, accurate and reproducible, and available for quality control of the GRANULES.

**Key words** FUZHENG YILIU GRANULES; total astragaloside; phenol-sulfuric acid method

\* FUZHENG YILIU GRANULES is a provincial research project under research by this academy. It contains 5 Chinese herbal drugs including astragalus etc. to be used as a therapeutic aid in the treatment of various cancers.

扶正抑瘤颗粒是我院“老中医处方”的省级科研课题,并批准为医院科研制剂。药理实验表明该制剂对小鼠  $S_{180}$  和肝癌 Hep3 有明显抑制作用,对化疗 (5-Fu、CTX 等) 具有增效减毒功能,临床上主要用于各种肿瘤的辅助治疗,在抗癌抑瘤和提高免疫功能方面有较好的效果,受到患者的欢迎。

该制剂由黄芪、薏苡仁等药材组成,所含多糖是与疗效有关的主要有效成分之一,主要是黄芪多糖。故在质量标准中建立了控制多糖含量的指标,并获得满意结果。

## 1 仪器与试药

751-GW 分光光度计 (上海分析仪器厂),所用试剂均为分析纯, D(+ ) 葡萄糖 (AR)  $105^{\circ}\text{C}$  干燥 3 h, 供试品扶正抑瘤颗粒 (自制)。

## 2 实验部分

2.1 实验方法: 苯酚-硫酸法, 测定波长为 520 nm

2.2 对照品与供试品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备: 取  $105^{\circ}\text{C}$  干燥 3 h 的葡萄糖 100 mg, 精密称定, 定容于 100 mL 容量瓶中, 作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品内容物 3.0 g,  $60^{\circ}\text{C}$  减压干燥至恒重, 精密称定, 加水煮沸 1.5 h, 1500 r/min 离心 10 min, 收集上清液, 沉淀重复上述操作一次, 合并上清液, 减压浓缩至 25.0 mL, 用 Sevag 法 (氯仿-正丁醇 = 4:1) 脱蛋白 2 次 (5 mL, 3 mL), 每次超声振荡 15 min, 分液漏斗除去胶状物, 上清液减压浓缩, 挥去溶剂并浓缩至 15.0 mL 备用。吸取上述溶液 0.5 mL, 加无水乙醇 9 mL, 冷藏过夜, 2500 r/min 离心 15 min, 取沉淀, 加无水乙醇洗涤 3 次, 挥干, 沉淀加水溶解, 定容至 100 mL, 作为供试品溶液。

2.3 标准曲线的制备: 精密量取对照品溶液 10, 20, 40, 60, 80, 100  $\mu\text{L}$ , 加水至 2.0 mL, 依法在 751 分光光度计上, 于 520 nm 波长处进行比色测定 (同

\* 收稿日期: 2000-05-20

基金项目: 江苏省应用基础研究项目 (No. DG98037)

作者简介: 王宇环 (1952-), 女, 黑龙江人, 南京中医药大学毕业, 副主任中药师。从事中药制剂和临床药学研究工作。Tel: 025-5637940 025-5511261

时做一空白),经过计算得回归方程:  $A = 0.0465 - 4.5799C$ ,  $r = 0.9988$  ( $n = 6$ ),实验结果表明,葡萄糖在  $0.01 \sim 0.11 \text{ mg}$ 呈良好线性关系。

2.4 稳定性试验:取供试品溶液,按“样品含量测定”项下方法操作,每隔一定时间测定一次,共考察 1.5 h,结果表明在 30 min内稳定。

2.5 重现性试验:取本品内容物 5份各 1 g,精密称定,按“样品含量测定”项下方法操作,测定多糖含量,前后共测定 5次,每次平行试验 2份,结果含量为 4.27%,  $RSD$  为 4.52%。

2.6 回收率测定:在已知含量的供试品中,精密加入一定量的葡萄糖对照品,按“样品含量测定”项下方法操作,测定,结果平均回收率为 97.93%  $RSD$  为 1.85%。

2.7 样品含量测定:精密量取供试品溶液 0.5 mL,加水 1.5 mL,加 5%苯酚 1.0 mL,混匀,滴加

5.0 mL浓硫酸,室温放置 5 min,沸水浴中加热 15 min,冷却至室温,同时做一空白,在 751分光光度计上,于 520 nm波长处进行比色测定(共测定 3个批次),计算。结果含量分别为 4.55%, 4.13%, 4.02% ( $n = 3$ )。本品按干燥品计算,含多糖不得少于 3.0%。

### 3 小结

该法的回收率、精密度、稳定性均较好,且克服了其它成分的干扰,故认为本法是一简便、快速、准确的测定手段,为复方制剂中多糖的含量测定提供较好的方法。

参考文献:

- [1] 李满飞,徐国钧,平田仪正,等.中药石斛类多糖的含量测定[J].中草药,1990,21(10):10-12.
- [2] 钟方晓,彭广芳,李贵海.山东太子参多糖含量对质量的影响[J].中草药,1997,28(7):428-430.

## 超临界萃取法提取川芎中有效成分的研究

张虹<sup>1</sup>,柳正良<sup>2</sup>,王洪泉<sup>1\*</sup>

(1. 同济大学附属同济医院,上海 200065; 2. 第二军医大学药学院,上海 200433)

**摘要:**目的 考察影响超临界萃取川芎中有效成分的因素。方法 采用正交试验法,以超临界萃取为提取条件,以提取液中阿魏酸含量为考察指标,对影响阿魏酸提取工艺的因素进行了研究。结果 优选出川芎中阿魏酸的最佳超临界萃取条件。结论 提取阿魏酸的最佳 SFE条件是:萃取罐的温度  $70^\circ\text{C}$ 、萃取压力 35 MPa、 $\text{CO}_2$ 流量  $25 \text{ kg/h}$ 、萃取时间 2.5 h。

**关键词:**超临界萃取;阿魏酸;正交试验

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1077-03

### Studies on extraction of active ingredients from *Ligusticum chuanxiong* by supercritical fluid extraction

ZHANG Hong<sup>1</sup>, LIU Zheng-liang<sup>2</sup>, WANG Hong-quan<sup>1</sup>

(1. Tongji Hospital Affiliated to Tongji University, Shanghai 200065, China; 2. College of Pharmacy, Second Military University, Shanghai 200433, China)

**Abstract Object** To study the conditions for the extraction of active ingredients in *Ligusticum chuanxiong* Hort. by supercritical fluid extraction (SFE). **Methods** Conditions for the extraction were studied by orthogonal experimental design as guided by the content of ferulic acid presented in the extract. **Results** The optimum conditions for the yield of ferulic acid were thus established. **Conclusion** The best SFE conditions were: temperature of the extraction pot was  $70^\circ\text{C}$  under the pressure of 35 MPa,  $\text{CO}_2$  as the modifier with the flow rate of  $25 \text{ kg/h}$ , the time for extraction was 2.5 h.

**Key words** supercritical fluid extraction (SFE); ferulic acid; orthogonal experimental design

川芎的化学成分主要为川芎内酯 (cinidulac-tone, cinidilide)、阿魏酸 (ferulic acid)、川芎嗪 (2,

\* 收稿日期: 2001-07-10

作者简介: 张虹 ((1967-), 女, 浙江海宁人, 主管药师, 硕士, 从事药物分析工作。 Tel (021) 56051080-3203