

3.1 高尤-13 水溶性多糖含量为 10.16%, 其水溶性多糖由阿拉伯糖、木糖、甘露糖、半乳糖和葡萄糖等组成, 葡萄糖含量较高, 有一定的阿拉伯糖、甘露糖和半乳糖, 少量木糖。

3.2 将单糖转化成多羟基醇时, 用四氢硼钠还原, 在实际操作中可使四氢硼钠微过量, 再用冰乙酸分解过量的四氢硼钠, 否则会干扰酰化过程。

3.3 为了便于 GC 分析, 将多元醇酰化, 制成易挥发、对热稳定的衍生物。这个过程是多元醇与乙酸酐的反应, 该反应的好坏取决于反应条件, 最重要的条件之一是催化剂的使用, 本实验使用 1-甲基咪唑。

3.4 实验用苯酚现用现配, 标准曲线用苯酚的浓度

与测定样品时用苯酚的浓度必须一致, 否则糖含量测不准确。

#### References:

- [1] Dong Q, Fang J N. Applications of polysaccharides in medicine [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2001, 36(10): 649-652.
- [2] Wang R, Wu J B. Advances in studies on bioactivity of polysaccharides [J]. *World Notes—Antibiotics* (国外医药·抗生素分册), 2001, 22(3): 97-99.
- [3] Health Bureau of Inner Mongolia. *Standards of Mongolian Medicine in Inner Mongolia* (内蒙古蒙成药标准) [M]. Chifeng: Inner Mongolia Science and Technology Publishing House, 1984.
- [4] Zhao Y Y, Hai P. Determination for constituents of poly-saccharide and the content of saccharide from Mongolian medicine *Frustrous Choerospondiatis*. [J]. *Chin Pharm Anal* (药物分析杂志), 2001, 21(6): 440-442.

## RP-HPLC 法测定总藤黄酸中藤黄酸的含量

柳文媛, 冯 锋\*, 尤启冬\*\*, 张正行\*

(中国药科大学 药物分析教研室, 江苏 南京 210009)

藤黄系藤黄科植物藤黄 *Garcinia hanburyi* Hook. f. 所分泌出的干燥树脂, 性寒, 味酸、辛、涩, 有毒, 具破血散结、解毒、止血、杀虫之功效, 用于治疗瘰疬、痈疽、疔肿等顽疾<sup>[1]</sup>。藤黄的抗癌作用为我国药理和临床工作者最早发现。江西省曾将藤黄制剂用于肿瘤的临床治疗, 证实对多种癌症有效, 并证明其主要的有效成分为藤黄酸(gambogic acid)<sup>[2,3]</sup>。国内曾组织区域性协作研究, 发现并经多次实验证明藤黄具有抗癌作用<sup>[4]</sup>。近年来, 有关研究仍偶尔可见, 但未进行系统化、规范化试验。总藤黄酸为本校首次制得, 药理学研究表明, 总藤黄酸对小鼠腹水型肝癌、艾氏腹水癌、肉瘤 180(S<sub>180</sub>), S<sub>37</sub>, Walk256、人肝癌 Bel-7402, SMMC-7721、宫颈癌 U14, HeLa 细胞株等有显著的抑杀作用。

藤黄酸类化合物的分析方法文献报道有薄层扫描法<sup>[5]</sup>, HPLC-UV 法<sup>[6,7]</sup>。本实验首次采用甲醇-0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(9:1) 为流动相, 且该流动相组成简单, 色谱峰形好, 可用于总藤黄酸及其制剂中藤黄酸的分析。

### 1 仪器与试剂

岛津 LC-6A 液相色谱仪, 岛津 LC-6A 积分仪, Alltima C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 150 mm), 甲醇、磷酸

均为分析纯, 藤黄酸对照品自制(98%)。

### 2 方法和结果

2.1 对照液制备: 取藤黄酸对照品 10 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 精密取该液 1.0 mL 置 25 mL 量瓶中, 加流动相至刻度, 即得。

2.2 供试液制备: 取总藤黄酸 10 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 精密取该液 1.0 mL 置 25 mL 量瓶中, 加流动相至刻度, 即得。

2.3 色谱条件: 甲醇-0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>(9:1) 为流动相, 检测波长为 360 nm, 温度为室温, 理论塔板数按藤黄酸计算应不低于 4 000。

#### 2.4 方法学考察

2.4.1 标准曲线和线性范围: 取藤黄酸对照品 10 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 精密吸取 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 mL, 置 25 mL 量瓶中, 流动相稀释至刻度, 吸取各对照品溶液 20 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以峰面积  $Y$  为纵坐标, 对照品溶液浓度  $X$  为横坐标进行线性回归, 得回归方程  $Y = 30153X - 647.91$  ( $r = 0.9998$ ), 线性范围为 4.0 ~ 24.3 μg/mL。

2.4.2 精密度试验: 取上述对照品溶液(16 μg/mL), 重复进样 5 次, 测定藤黄酸峰面积, 计算得

\* 收稿日期: 2002-04-08

\* 中国药科大学天然药物化学教研室

\*\* 中国药科大学药物化学教研室

$RSD=0.89\%$ 。

2.4.3 加样回收率: 取总藤黄酸 10 mg, 精密称定, 置 25 mL 量瓶, 加甲醇至刻度, 精密取该液 0.5 mL 置 25 mL 量瓶, 按照高 (120%)、中 (100%)、低 (80%) 分别添加藤黄酸对照品, 加流动相至刻度, 按上述色谱条件测定, 计算即得。结果 3 水平平均回收率为 97.2%,  $RSD=1.5\%$ 。

2.4.4 重现性试验: 取本品一批 (20001015), 按上述方法平行测定 6 次, 计算藤黄酸含量, 结果藤黄酸含量为 867 mg/g,  $RSD=0.5\%$ 。

2.4.5 稳定性试验: 取含量测定样品溶液, 隔 4 h 进样测定藤黄酸峰面积, 连续考察 24 h, 结果溶液在 12 h 内稳定  $RSD=1.0\%$ 。

2.5 样品的测定: 照上述方法分析制备供试品溶液与对照品溶液, 各取 20  $\mu$ L 分别注入液相色谱仪, 测定峰面积, 以外标法计算样品中藤黄酸的含量, 3 个批号样品的含量测定结果见表 1, 色谱图见图 1。

表 1 样品的含量测定结果 ( $n=5$ )

Table 1 Results of content of samples ( $n=5$ )

批号	藤黄酸/(mg · g <sup>-1</sup> )
20001015	860
20001021	871
20001027	841

### 3 讨论

3.1 藤黄酸的紫外吸收图谱显示最大吸收为 290 nm 和 360 nm, 但考虑到 360 nm 处溶剂的干扰小, 故选择 360 nm 为测定波长。

3.2 稳定性试验表明藤黄酸在甲醇中不稳定, 甲醇溶液中回流 4 h, 藤黄酸含量下降约 10%, 其降解或异构化产物正在进一步研究中。

3.3 将藤黄酸置 60 °C 放置 10 d, 含量下降 6%, 故应置阴凉处保存。

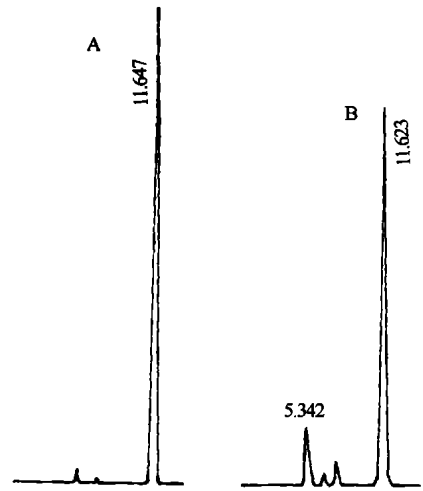


图 1 藤黄酸对照品 (A) 和总藤黄酸 (B) 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of gambogic acid (A) and total gambogic acid (B)

### References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Part . Shanghai: Shanghai Science and Technology Publisher 1997.
- [2] Chen B R. Study on anti-cancer composition in *Gamboge* [J]. *Acta Acad Med Jiangxi* (江西医学院学报), 1980 (2): 1-7.
- [3] Anti-cancer Association on *Gamboge*. Anti-cancer experiment and clinical reports of *Gamboge* [J]. *Jiangxi J Med Pharm* (江西医药), 1982 (3): 1-5.
- [4] Xiang S R, Chen T K, Huang Y C, et al. Effect on tumour 120 and ascites by gambogic acid [J]. *Acta Acad Med Jiangxi* (江西医学院学报), 1981(1): 17-21.
- [5] Huang Q X, Peng G P, He Y W, et al. Analysis of gambogic acid in *Gamboge* by TLC scanning [J]. *J Nanjing Univ Tradit Chin Med* (南京中医药大学学报), 1991, 7(2): 102-103.
- [6] L G B, Fang J. Determination of gambogic acid in *Gamboge* by HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1988, 19 (7): 10-11.
- [7] Yang H, Cong X D, Jiang W L, et al. Determination of gambogic acid and derivatives in *Gamboge* by HPLC-ELSD [J]. *J China Pharm Univ* (中国药科大学学报), 1999, 30(3): 202-205.

## 三七化痔丸的质量标准研究

黎炳华, 丘文珍\*

(广州中一药业有限公司, 广东 广州 510140)

三七化痔丸是由盐肤木、三七、千里光等数味中药组成的成方制剂, 具有清热解毒、止血止痛等功效。为了更好地控制其质量, 本实验对原千里光的薄层鉴别进行了改良, 增加了盐肤木、三七的薄层鉴

别, 并采用薄层扫描法对制剂中的人参皂苷 Rg1 进行含量测定<sup>[1]</sup>。

### 1 材料、仪器与试剂

三七化痔丸为本公司产品, 人参皂苷 Rg1 对照

\* 收稿日期: 2002-10-31