

4.2 二元醇含量可在 50%~5% (v/v) 范围内。酰胺Ⅱ或氨基酸含量(wt%)可在 1.2~0.6 范围内浮动,这为实际的工业生产提供了方便。

4.3 多次实验表明,单独使用金银花提取物作增溶剂效果不佳,吐温-80 和二亚甲砒不宜作该注射剂的增溶剂。

4.4 推荐配方:茵陈提取物 6g,山梔提取物 3.2g,黄芩甙 2.0g,二元醇(AR)60~120ml,

酰胺(Ⅱ)6g,葡糖 10g,加蒸馏水至 1000ml。

致谢:西北大学化学系申法如教授和上海中药一厂朱承伟总工给予的精心指导。

参考文献

- 1 钱百炎.医药工业,1978,(7):13
- 2 JP(1986),8650,781
- 3 高海谦.中草药通讯,1972,(6):19

(1994-11-04 收稿)

酸枣仁中酸枣仁皂甙 A 和 B 的含量测定

山东省药品检验所(济南 250012) 王 健* 林 晓

摘 要 用薄层扫描法,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)的上层溶液为展开系统,测定了不同产地的酸枣仁中的酸枣仁皂甙 A 和 B(jujubosides A and B)的含量。

关键词 酸枣仁皂甙 A、B 薄层扫描法 含量测定 酸枣仁

酸枣仁为鼠李科植物酸枣 *Ziziphus spinosa* Hu 干燥成熟的种子,为常用中药,具有养肝宁心、安神敛汗的功能。据文献报道^[1,2]酸枣仁中含有多种化学成分,其中具有镇静催眠作用的有效成分主要为酸枣仁皂甙 A 和 B(jujubosides A、B)等黄酮类和三萜皂甙类。本文采用薄层扫描法,在一块薄层板上同时测定酸枣仁皂甙 A 和 B 的含量,取得满意的结果。

1 仪器、试剂和材料

日本岛津 CS-930 型双波长薄层扫描仪,配有岛津 RD-2 型微处理机。薄层涂布器,瑞士 CAMAG 公司生产;微量点样毛细管(Drummond Sc Co USA),0.5%硅胶 G-CMC-Na 薄层板(自制);所用试剂均为分析纯。

酸枣仁皂甙 A 和 B,由作者自提,经化学和光谱分析,确定其结构。并经卫生部药典

委员会审定,作为对照品收载于中国药典 1985、1990 年版。酸枣仁样品见表。

2 实验方法

2.1 薄层板的制备:取硅胶 G12g,加 0.5% CMC-Na 水溶液 30ml,研磨约 3min,涂铺于 6 块(20cm×10cm)玻璃板上。稍晾,105℃活化 30min。

2.2 展开剂:正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5,上层),展距 8~9cm。

2.3 显色剂:2%香草醛硫酸乙醇溶液(取香草醛 2g,加 10%硫酸乙醇溶液 100ml,溶解。),展开后晾干,喷显色剂,100℃烘 2~3min,至皂甙 A 和 B 显色清晰。取出,稍晾,盖上洁净玻璃板,采用胶带封固。

2.4 扫描条件的选择:单波长反射法锯齿扫描,λs = 632nm, SX = 3, Stit = 1.25 × 1.25mm。由于皂甙 A 和 B 分离好,斑点显鲜艳的蓝色斑点,背景几乎无干扰,选用单波长

* Address: Wang Jian, Shandong Provincial Institute for Drug Control, Jinan

扫描即可获得准确结果。

2.5 斑点显色稳定性:取皂甙 A 和 B 对照品溶液分别点样、展开、显色、测定同一斑点每隔 30min 的峰面积,结果表明,在显色后 2.5h 内峰面积值稳定。皂甙 A, $RSD = 0.44\%$;皂甙 B, $RSD = 0.46\%$ 。

2.6 仪器精密度:取皂甙 A 和 B 对照品溶液分别点样、展开、显色、测定同板不同位置相同点样量的峰面积,计算相对标准偏差。皂甙 A, $RSD = 2.1\%$ ($n = 5$);皂甙 B, $RSD = 1.6\%$ ($n = 5$)。

2.7 标准曲线的绘制:分别吸取皂甙 A 和 B 对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 μ l, 点样, 展开、显色、测定。以对照品量(μ g)为横座标, 峰面积为纵座标, 绘制标准曲线, 各得一条通过原点的直线。并计算回归方程, 皂甙 A, $C_A = 0.0677A_1 + 0.0176$, $r_1 = 0.9992$;皂甙 B, $C_B = 0.046A_2 + 0.047$, $r_2 = 0.9999$ 。皂甙 A 的线性范围为 1.05~5.30 μ g;皂甙 B 的线性范围为 1.28~6.4 μ g。因此, 采用外标一点法测定含量。

2.5~2.6 项中, 皂甙 A 和 B 对照品溶液的制备方法见 3.1 项。

3 样品测定

3.1 对照品溶液的制备:精密称取皂甙 A 和 B 对照品各约 5mg, 分别加甲醇溶解, 并定容成 5ml, 摇匀, 备用(各 1mg/ml)。

3.2 供试品溶液的制备:精密称取酸枣仁粉末(40 目)1~7 号(见表)各约 5g, 置于索氏提取器中, 加乙醚回流提取 3h, 醚液弃去。药渣挥尽残醚, 再加甲醇回流提取 12h。甲醇提取液置水浴上蒸干, 残渣加水 20ml, 分数次定量转移到分液漏斗中。用水饱和的正丁醇提取 5 次, 每次 15ml。合并正丁醇提取液, 用正丁醇饱和的氨水(取 40ml 浓氨溶液加水稀释到 100ml, 再用正丁醇饱和, 分取下层液)洗涤 2 次, 每次 10ml, 洗液弃去, 正丁醇

提取液置于水浴上蒸干。残渣加 甲醇溶解, 定量转移到 5ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

3.3 测定法:分别取对照品溶液 1、2 μ l, 供试品溶液 2、4 μ l, 交叉点样, 依法测定。结果见表(以干燥品计)。

表 酸枣仁中酸枣仁皂甙 A 和 B 的含量(%)			
编号	样品来源	酸枣仁皂甙 A	酸枣仁皂甙 B
1	山东聊城	0.050	0.029
2	山东济南	0.059	0.030
3	山东烟台	0.072	0.036
4	山东临沂	0.072	0.050
5	辽宁大连	0.073	0.037
6	陕西延安	0.075	0.039
7	山东淄博	0.067	0.032

3.4 加样回收率:取已知含量的酸枣仁粉末, 精密加入一定量的酸枣仁皂甙 A 和 B 对照品, 依法(3.2 项)制备供试品溶液, 点样、展开、测定, 计算回收率。皂甙 A 的平均回收率为 100.83%, $RSD = 2.63\%$;皂甙 B 平均回收率为 99.95%, $RSD = 2.47\%$ 。

4 讨论

4.1 本研究成功的关键有 2 点。一是选择了合适的展开剂, 使待测成分皂甙 A 和 B 彻底分离(分离度 $R_s > 2.4$), 二是选择了高灵敏度、高选择性的显色剂。显色后待测成分显鲜艳的蓝色, 其他成分几乎不显色。因而背景干扰极小。

4.2 测定结果表明, 不同产地的酸枣仁中, 皂甙 A 和 B 的含量相差悬殊。对于同一样品中皂甙 A 的含量明显大于皂甙 B 的含量。皂甙 A 和 B 为酸枣仁中的有效成分。因此, 本文为评价酸枣仁的质量提供了较可靠的方法。

参 考 文 献

1 Woo W S, et al. Phetochemistry, 1979, 18: 353; 1980, 19: 2791
2 Otsuka H, et al. Phetochemistry, 1978, 17: 1349

(1995-05-05 收稿)