

20 min 扫描一次,结果表明在 60 min 内基本不影响测定。

1.8 加样回收率试验:精密称取 6 个品种马勃,每个品种 4 份,每份 10 g,在其中 3 份中分别加入麦角甙-7,22-二烯-3-酮定量,然后将 4 份粉末按 1.3 项下样品液的制备方法制备,作为供试品溶液。用定量毛细管吸取对照品溶液 4、8 μ L 及供试品液 4 μ L 点于同一块薄层板上,按前述方法展开,显色,扫描,计算回收率,回收率测定结果:大马勃 99.2%,RSD = 1.12%;白马勃 98.65%,RSD = 1.23%;脱皮马勃 99.0%,RSD=1.41%;粒形灰包 97.9%,RSD = 1.09%;梨形灰包 99.6%,RSD=1.52%;灰包菇 97.8%,RSD =1.49%。

1.9 样品的含量测定:按 1.3 项下方法制备不同品种马勃样品液,用定量毛细管吸取对照品溶液 4、8 μ L 及样品液 4 μ L 点于同一薄层板上,按前述方法展开,显色,扫描,外标二

点法计算麦角甙-7,22-二烯-3-酮含量,结果见表 1。

表 1 不同品种马勃含量测定结果		
品种	平均含量(%, $n=5$)	RSD%
大马勃	0.026	1.56
白马勃	0.023	1.84
脱皮马勃	0.024	1.23
粒形灰包	0.077	1.09
梨形灰包	0.080	1.94
灰包菇	0.009	1.66

2 小结

关于马勃,尤其不同品种马勃中麦角甙-7,22-二烯-3-酮的含量测定方法尚未见报道。我们测定了 6 种马勃中麦角甙-7,22-二烯-3-酮含量,结果表明梨形灰包中含量最高,为 0.08%;灰包菇中最低,为 0.009%。

本法准确可行,加样回收率 RSD 在 2% 以下,为控制马勃的内在质量提供依据。

(1996-03-18 收稿)

Determination of the Content of Ergosta-7,22-dien-3-one in Various Species of Mabo by TLCS

Wang Lishu,Yan Yuqing,et al

The content of ergosta-7,22-dien-3-one in six species of mabo(i.e. Damabo,Baimabo,Tuopimabo,Lixinghuibao,Lixinghuibao and huibaogu)were determined by TLC Scanning. It provided a scientific basis for the development and utilization of Mabo.

古汉养生精片中黄芪甲甙的含量测定

湖南中医药研究院(长沙 410006) 杨永华* 陈宗宪** 刘奕晖

摘 要 用薄层扫描法测定了古汉养生精片中黄芪甲甙的含量,并对转移率进行了探讨,结果表明其片中黄芪甲甙含量为 0.099%,RSD=1.74%,转移率为 51.9%。

关键词 古汉养生精片 黄芪 黄芪甲甙 转移率

为了保证古汉养生精片的质量,在该药 制订质量标准时,已规定了淫羊藿甙、芍药甙

* Address: Yang Yonghua,Hunan Provencial College of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica,Changsha

** 宜春中医院进修者

• 16 •

的含量限度。方中药物黄芪具有补气益表之功效,能提高人体免疫机能,黄芪甲甙为主要有效成分之一,因此,我们探讨了用薄层扫描法^[1~5]测定片中黄芪甲甙的含量,并进行了方法学研究。现报告如下。

1 实验部分

1.1 CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津);硅胶 G(青岛海洋化工厂);黄芪甲甙(中国药品生物制品检定所);所用试剂均为分析纯。

1.2 薄层扫描条件:硅胶 G 薄层板;展开剂:氯仿-甲醇-水(30 : 10 : 1);显色剂为 10%硫酸乙醇溶液,喷后 110℃烘 5~10 min。λ_s = 410 nm,反射法锯齿扫描,狭缝:3 mm×1.2 mm,Sx=3,灵敏度:中。

1.3 对照品溶液的配制:精密称取黄芪甲甙对照品 10 mg,加甲醇溶解,定容 10 mL,作为对照品溶液。

1.4 线性关系考察:吸取黄芪甲甙对照品溶液 1、2、3、4、5 μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(30 : 10 : 1)为展开剂,展开,取出,晾干,显色,按前述条件扫描,测得峰面积积分值分别为:9670.86、13198.87、18259.66、24035.40、29318.05,以点样量为横座标,积分值为纵座标,绘制标准曲线,得回归方程 Y=3857.30+5013.09X, r=0.09967,黄芪甲甙在 1~5 μg 之间呈线性关系。

1.5 精密度试验:吸取上述对照品溶液在同一硅胶 G 薄层板上点 5 个点,每个点 4 μL,展开,显色,扫描,平均积分值为 23 176.498, RSD=0.16%。

1.6 稳定性试验:吸取上述对照品溶液 4 μL,点样展开,显色后扫描,每 30 min 扫描一次,结果表明:黄芪甲甙显色后在 1.5 h 内扫描,数据稳定。

1.7 重现性实验:取同一批(950405)片剂样品液测定 3 次,3 次测定结果分别为:0.2534、0.2496、0.2501 mg/mL, $\bar{x}$ = 0.2510 mg/mL, RSD=0.82%。

1.8 加样回收率试验:取已知含量的古汉养

生精片样品液 5 份,分别加入黄芪甲甙 1 mg,按“样品含量测定”项下操作,测定结果,回收率平均值为 94.966%(n=5)。

1.9 样品含量测定:取同一批(941102)古汉养生精素片 4 g,3 份,分别研细,加饱和 KOH 的甲醇液回流 3 次(50 mL×3),每次 1 h,合并提取液,水浴蒸干,残渣加水 30 mL,以氯仿-正丁醇(2 : 1)提取 4 次(50 mL、30 mL×3),合并提取液,1%NaH₂PO₄ 50 mL 洗涤,提取液水浴蒸干,残渣加甲醇溶解,使成 2 mL,作为供试品溶液。取黄芪 2 g,3 份,同法制备单味黄芪样品溶液,吸取上述供试品溶液 5 μL、单味黄芪样品液 3 μL 及对照品溶液(同 1.2)1 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,取出,晾干,显色,照色谱法(《中国药典》1990 年版附录 57 页薄层扫描法)进行扫描,波长:λ_s = 450 nm,λ_R = 650 nm。测定 3 批古汉养生精片中黄芪甲甙的含量,计算转移率,结果见表 1。

表 1 3 批样品中黄芪甲甙的含量及转移率

批号	样品含量(mg/g)	$\bar{x}$ (mg/g)	RSD(%)	转移率(%)
950405	0.977			
950424	0.0985	0.0991	1.74	51.90
950518	0.1010			
黄芪	0.5057			
	0.4991	0.4896	4.57	
	0.4641			

注:100 g 素片相当于 438.75 g 生药,其中黄芪 39 g。

2 讨论

2.1 薄层扫描法测定古汉养生精片中黄芪甲甙含量的方法简便可行,重复性好,为该药的质量控制提供了又一含量测定指标。

2.2 转移率试验结果表明:黄芪甲甙的转移率为 51.90%,偏低,可能与提取条件有关,有待进一步探讨。

参 考 文 献

1 常增荣,等.中国中药杂志,1995,20(8):482
2 余 濒,等.华西药学杂志,1983,8(3):163
3 王宝琴,等.中成药,1993,15(6):10
4 康廷国主编.中成药色谱鉴别.北京:人民卫生出版社,1994.271
5 李连达,等.中国中药杂志,1991,16(2):90

(1996-02-16 收稿)

Content of astragaloside in Guhanyangshengjing tablets was determined by TLC-scanning together with its percentage of transfer. Results indicated that the content of astragaloside was 0.099% (RSD=1.74%) and the percentage of transfer was 51.88%.

用生物检定法测定大蒜油中大蒜辣素和大蒜新素的含量

湖南医药工业研究所(长沙 410014) 周重阳* 陈海波 罗 艳 邓 青 赵 棠

摘 要 利用大蒜提取物中大蒜辣素和大蒜新素具有抗菌作用这一特点,用生物检定方法进行检测,结果与气相色谱法测得结果一致。

关键词 大蒜油 大蒜辣素 大蒜新素 生物检定

大蒜属百合科植物大蒜 *Allium sativum* L.。大蒜中多种化学成分都有药用价值,其中大蒜油中的大蒜辣素和大蒜新素是很好的抗菌药物,对白色念珠菌、隐球菌等有明显的抑制作用,对细菌引起的痢疾疗效确切,对呼吸道、消化道、脑膜炎、肠道等疾病有效率达 80%~90%,是一种疗效好,毒副作用小,有发展前途的天然抗菌药物。我们报道的是用生物检定法中的三剂量法测定大蒜油中大蒜辣素和大蒜新素含量的研究。

1 材料

原材料:湖南湘阴县产紫皮大蒜; β -环糊精(陕西志丹县生物化工厂生产, β -CD)。

生物检测材料:试验菌:大肠杆菌[CM-CC(B)44103]。

培养基:Ⅵ培养基(1995 版《中华人民共和国药典》附录 73 页)。

对照品:大蒜油(山东苍山县大蒜制品厂)。

2 提取和制备

2.1 大蒜油的提取:取去紫皮独蒜 1000 g,用 JJ-2 组织破碎匀浆机破碎,加蒸馏水 1500

mL。水蒸汽蒸馏下收集馏液约 200 mL,静置,分出部分油层,剩余溶液用氯仿萃取 2 次,取两次氯仿层合并,于水浴上回收氯仿。残留物与挥发油合并得大蒜油。

2.2 大蒜油包结物的制备:将大蒜油和 β -CD 加入到饱和 45%乙醇中,水浴 70℃搅拌至无油滴,静置,过滤,取沉淀物于 40℃下干燥,得白色大蒜油粉,即大蒜油 β -环糊精包结物。

3 用生物检定法测定其抗菌物质含量

检定方法按照《中华人民共和国药典》1995 版二部附录 70~74 页进行;配制检定培养基和大肠杆菌增菌培养基;制备合适的菌悬液;在半无菌室完成滴样操作。

3.1 制备无菌双碟

3.1.1 标记无菌双碟,每个无菌双碟加入溶化好的Ⅵ号培养基 20 mL,让其自然凝固,作底层。

3.1.2 将计算好的大肠杆菌菌悬液 0.05 mL 加入另外 50 mL Ⅵ号培养基中,摇匀,每个双碟加入 5 mL。摇匀作菌层,备用。

3.2 标准品和样品的制备:大蒜油中以大蒜

* Address: Zhou Chongyang, Huanan Medical Industry Institute, Changsha