

气相色谱法^[3]等多种,通过多年的实践,证明这些方法都是可行的。但这些方法中,有些需要高级的仪器,或比较昂贵的分析试剂。基于这种情况,我大大们对用生物检定法测定大

蒜油中抗菌物质的含量进行了一些探索和研究,并用气相色谱法比较(表 3),测得结果基本相似。

表 3 大蒜包结物中主要成分的相对含量

样品	主要成分的相对含量(%)					
	1	2	3	4	5	6
大蒜包结物(0.1 g+0.5 mL 甲醇)	4.52	2.41	34.91	5.32	42.67	2.48
大蒜油(9 mL 油+0.5 mL 甲醇)	5.13	2.55	34.10	5.60	43.76	1.54

注:1-二烯丙基一硫化物 2-甲基烯丙基二硫化物 3-二烯丙基二硫化物(大蒜辣素) 4-甲基烯丙基三硫化物 5-二烯丙基三硫化物(大蒜新素) 6-未鉴定(下同)

4.3 本生物检定法用 20%的乙醇作溶解介质是根据文献报道采用的,同时在实验室进行了验证和抑菌作用考察。

参 考 文 献

1 张崇璞,等. 药学通报,1987,22(2):101
2 沈联慈,等. 中草药,1992,23(10):518
3 张立萍,等. 中成药,1989,11(5):35

(1996-01-14 收稿)

薄层扫描法测定茶多酚中咖啡因的含量

广东省中医研究所(广州 510095) 刘法锦* 孙冬梅 陈路林

摘 要 用薄层扫描法对茶多酚中咖啡因的含量进行测定,方法简便,结果准确,重现性好,平均回收率 100.1%,RSD%=2.90,最低检测限为 0.1 μg。

关键词 茶多酚 咖啡因 薄层扫描

茶多酚是从茶叶中提取分离得到的一种多酚类化合物复合体,近年研究表明茶多酚具有多种药效^[1],在食品、化妆品等方面用途也较广泛。由于茶叶中咖啡因的含量较高,在提取茶多酚时,咖啡因也随之提取出来,这样影响了茶多酚的药效及用途,同时也限制了茶多酚及其产品的出口。我们采用薄层扫描法,在 276 nm 波长处进行吸收扫描,对茶多酚中的咖啡因进行定量,方法简便、灵敏、稳定、快速,重现性好。

1 仪器、试剂及试剂

薄层扫描仪Ⅱ(CAMAG) Compaq 486 计算机系统,NANOMAT Ⅲ点样仪(CAM-

AG),定量点样毛细管(CAMAG)。PBQ-Ⅱ薄层自动铺板器(重庆),硅胶 G(青岛海洋化工厂),咖啡因对照品(中国药品生物制品检定所),茶多酚(广东英德英南科技联营实业有限公司生产,生产日期:1994-09-18),所用试剂均为分析纯。

2 实验条件的选择

2.1 对照品溶液的制备:取咖啡因对照品,精密称定,用甲醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.2 样品供试液的制备:取茶多酚样品约 0.1 g,精密称定,置 5 mL 量瓶中,加甲醇溶解稀释至刻度,摇匀,作为样品供试液。

* Address: Liu Fajin,Guangdong Provencial Institute of Traditional Chinese Medicine,Guangzhou

2.3 薄层条件:用 0.3%CMC-Na 为粘合剂的硅胶 GF₂₅₄板(20 cm×10 cm),用微量毛细管分别吸取上述对照品及样品供试液各 2 μL,点样于同一薄层板上,以甲苯-丙酮(6:4)为展开剂,展开,展距 8 cm,取出,晾干。

2.4 测定波长的选择:分别吸取对照品及样品供试液各 2 μL,点于同一薄层板上,以上述条件展开后,用氘灯在 200~400 nm 波长范围内,对各相应的斑点进行光谱扫描,结果均在 276 nm 波长处有最大吸收。

3 薄层色谱原位光密度定量测定

光源:氘灯。扫描方式:吸收扫描,波长 276 nm,外标法定量。

3.1 标准曲线:定量吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μL,点于薄层板上,按上述实验方法展开,扫描,线性回归得标准曲线。回归方程: $Y = 1328.66 + 221.43X$, $r = 0.9996$,线性范围:1.92~9.60 μg。

3.2 精密度考察:定量吸取样品供试液点于同一薄层板上,展开,测定,其峰面积分别为:2285、2263、2273、2296、2248、2291, $RSD\% = 0.80$ 。

3.3 稳定性试验:定量吸取样品供试液点于同一薄层板上,按实验方法分别在不同的时间(0、1、2、3 h)扫描测定,其峰面积分别为 2445、2422、2415、2421。 $RSD\% = 0.54$ 。实验结果表明,薄层板展开,吹干溶剂后,3 h 内扫描测定,结果较为稳定。

3.4 回收试验:称取茶多酚适量,按三种不同的比例加入咖啡因对照品,按上述样品供试液制备方法制备,点样,薄层扫描。平均回

收率为 100.1%, $RSD = 2.90\% (n = 6)$ 。

4 样品含量测定

照上述操作分别吸取样品供试液 2.0 μL 点样,同板随行点对照品溶液 2.0、4.0 μL,同上法展开,进行扫描测定,计算,结果见表 1。

表 1 茶多酚中咖啡因含量测定

编号	测定值			RSD%
1	9.33	9.52	9.46	0.79
2	9.58	9.51	9.47	
3	9.44	9.39	9.41	

5 讨论

5.1 咖啡因易溶于氯仿,将茶多酚溶于水后用氯仿萃取也可,但没有本方法操作简便,直接将样品溶于甲醇后进行点样,含量测定结果准确,回收率好。

5.2 咖啡因的扫描测定波长有报道为 270、254 nm,我们采用原位吸收光谱对样品及对对照品进行扫描,确定二者的最大吸收波长为 276 nm。

5.3 咖啡因的薄层条件文献曾有报道^[2,3],我们采用甲苯-丙酮(6:4)展开,时间短,斑点集中, R_f 值适中(约为 0.4)。

5.4 本方法灵敏度高,最低检出限为 0.1 μg;在 3 h 内测定,结果稳定,重现性好, $RSD\% = 0.54$,可作为控制茶多酚中咖啡因的质量检测方法。

参 考 文 献

1 陈为钧,等.中草药,1993,24(9):493
2 中国药典.二部.1990.301
3 朱 敏,等.中国中药杂志,1992,17(11):677
(1996-01-16 收稿)

安徽高校联合培训部中医、兽医函授班招生

经省教委批准,第六期兽医、第十一期中医函授班继续向全国常年招生。使用全国高等院校统编教材,由专家教授辅导,详情见招生简章。中学以上文化程序免试入学。报名费 3 元。邮至安徽合肥市五里墩邮政 9-901 信箱于毅江收。款到寄给招生简章和入学登记表。邮编:230031 电话:(0551)5562566-626