

表 1 样品中熊果酸含量测定结果

批号	含量(mg/片)	RSD%(n=3)
930615	0.17	0.9
930618	0.15	1.0
930625	0.18	1.2

7 加样回收试验

精密称取已知含量的样品 4 g,准确加入一定量的乌头碱对照品,按样品测定法提取、

分离、测定、计算,结果平均回收率为 97.95%。RSD=1.71%(n=6)。

8 小结

显色时采用浸渍法,可使显色均匀,减小误差。但应注意硫酸浓度不宜过高,以 2%为宜。

(1996-03-26 收稿)

Determination of Ursolic Acid in Yizhuanling Tablet

Hao Wuchang

TLCS has been used to determine ursolic acid in Yizhuanling tablet. The method is simple, accurate and has good repeatability. It can be used to control the quality of Yizhuanling tablet.

薄层扫描法测定酸枣仁颗粒中菝葜皂甙元的含量

山东省中医药研究所(济南 250014) 闫雪生* 于宗渊 周向华**

摘 要 用薄层扫描法对酸枣仁颗粒中菝葜皂甙元进行了含量测定。加样回收率为 97.89%,RSD 为 1.86%,相关系数 0.9995。本法可控制酸枣仁颗粒的质量。

关键词 酸枣仁颗粒 菝葜皂甙元 薄层扫描法

酸枣仁颗粒是由酸枣仁、知母等 5 味中药组成,具有镇静催眠之功效。知母是处方中主要药物之一,其有效成分为知母皂甙,水解后可产生菝葜皂甙元。为控制本品质量,除了测定制剂中酸枣仁皂甙的含量外,又采用薄层扫描法对酸枣仁颗粒中菝葜皂甙元的含量进行测定。

1 仪器与试药

岛津 CS-920 型薄层扫描仪,菝葜皂甙元对照品(中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

2 薄层层析及扫描条件

薄层板:硅胶 G 加 0.5%羧甲基纤维素

钠液(1:3),105℃活化 30 min,板厚 0.3 mm。展开剂为甲苯-丙酮-乙酸乙酯(9:1:1),展距 15 cm;显色剂为 8%香草醛-3%高氯酸乙醇液(1:1)。单波长反射式锯齿形扫描,测定波长 λ 为 462 nm, $S_x=3$ 。

3 含量测定

3.1 标准曲线的绘制:精密称取 5.74 mg 菝葜皂甙元对照品,用氯仿定容至 5 mL,制成浓度为 1.14 mg/mL 的对照品溶液。精密吸取 1、2、4、6、8、10 μ L 分别点于同一薄层板上,展开,取出晾干,显色,置 100℃加热 2 min,在薄层板上盖同样大小的玻璃板,固定,立即扫描测定,测得面积积分值。求出菝

* Address: Yan Xuesheng, Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

** 山东医科大学药理学系 91 级实习生

萜皂甙元斑点的积分值与点样量的回归方程式为 $Y = 5270.85X - 434.45$, $r = 0.9995$, 结果说明点样量在 $1.14 \sim 9.12 \mu\text{g}$ 范围内与面积积分值呈线性关系。但工作曲线不过原点, 所以采用外标二点法测定。

3.2 稳定性试验: 依上法操作, 每隔一定时间测定斑点的积分值, 结果在 1 h 内稳定性良好。

3.3 样品溶液的制备及测定: 准确称定本品 2.5 g 置索氏提取器中, 加甲醇适量, 水浴回流提取至无色, 提取液回收甲醇, 残渣加 50 mL 水和 5 mL 浓盐酸, 置沸水浴中加热水解 3 h, 水解液用 50、50、30、30 mL 苯提取 4 次, 提取液用 0.5% NaOH 10 mL 洗一次, 再以蒸馏水洗至中性。回收苯至净, 残渣加氯仿溶解并定容至 2 mL 为供试品液。精密吸取供试品液 5 μL , 对照品溶液 1、3 μL 分别点于同一薄层板上, 按标准曲线项下操作, 测定结果见表 1。

表 1 3 批样品中萜皂甙元测定结果

批号	含量(mg/g)			$\bar{x}(\text{mg/g})$
930311	0.343	0.351	0.344	0.346
950615	0.416	0.411	0.406	0.411
950621	0.382	0.378	0.389	0.383

4 加样回收率试验

取同一批已知含量的样品 5 份, 每份约 1.25 g, 精密称定, 分别加入一定量的对照品, 按样品测定项下操作, 测得平均回收率为 97.89%, RSD 为 1.86%。

5 结果与讨论

5.1 本法测定酸枣仁颗粒中萜皂甙元的含量, 方法简便, 结果稳定, 重现性好, 缺知母阴性对照品无干扰, 故可作为本品质量控制的一个定量方法。

5.2 水解时间控制 2 h 为宜, 水解时间不足, 皂甙易水解不完全, 测得萜皂甙元的量偏低, 且重现性差。

(1996-3-28 收稿)

Quantitative Determination of Sarsasapogenin in "Suanzaoren Granule" by TLC Scanner

Yan Xuesheng, Yu Zongyuan and Zhou Xianghua

Sarsasapogenin in "Suanzaoren granule" was determined quantitatively by TLC scanner. The method is simple, accurate, sensitive and reproducible. The average recovery was 97.89%, coefficient of variation was 1.86%, and coefficient of correlation was 0.9995. Results showed that this method is suitable for the quality control of "Suanzaoren granule."

怀菊不同部位无机元素含量测定

河南师范大学化学系(新乡 453002) 王彩兰*

河南师范大学分析测试中心 孙瑞霞

摘 要 用原子吸收光谱仪分别测定了河南温县产怀菊的花、茎、叶中 12 种无机元素的含量。发现花、茎、叶中均富含 Ca、Mg 及多种人体必需微量元素, 尤其是 Mo 含量, 叶、茎中达 $100 \mu\text{g/g}$ 以上, 高出花 25 倍; Mn 含量, 叶中为 $112 \mu\text{g/g}$, 高出花近 4 倍。

关键词 怀菊 花 叶 茎 原子吸收光谱 微量元素

怀菊花为菊科植物菊 *Chrysanthemum morifolium* Ramat. 的干燥头状花序, 主产于

* Address: Wang Cailan, Department of Chemistry, Henan Teacher's University, Xinxiang