

# 复方女贞子胶囊中齐墩果酸的含量测定

浙江省医学科学院(杭州 310013)

毛丽珍\* 徐世芳 唐红芳

浙江省宁波市第二医院

张玲玲

**摘要** 采用薄层扫描法测定复方女贞子胶囊中齐墩果酸的含量。以硅胶 G 为薄层吸附剂,环己烷-丙酮-乙酸乙酯(4:2:1)为展开剂,10%硫酸乙醇为显色剂,用 CS-930 薄层扫描仪,在  $\lambda_s = 530$  nm,  $\lambda_R = 680$  nm 波长处扫描。本法的平均回收率为 99.22%,同一批样品平行试验 6 次的相对标准偏差为 3.14%。

**关键词** 复方女贞子胶囊 齐墩果酸 薄层扫描法

复方女贞子胶囊是在民间验方的基础上,结合现代科学技术研制而成的一种治疗糖尿病新药,具有益肝肾、治消渴的作用。为了控制产品质量,选定以处方中主药女贞子的有效成分齐墩果酸为控制指标,探讨了薄层扫描定量方法,获得满意结果。

## 1 仪器与试药

CS-930 薄层扫描仪(日本岛津),PBQ-1 型薄层自动铺板器(重庆新力实验电器厂)。硅胶 G(青岛海洋化工厂),所用试剂均为分析纯。齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所),样品由浙江宁波制药厂提供。

## 2 实验样品的制备

2.1 供试品溶液:取本品内容物约 1 g,精密称定,置索氏提取器中,用氯仿适量加热回流提取 6 h,提取液回收氯仿至干,残留物用氯仿-无水乙醇(1:1)定容于 25 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

2.2 阴性对照溶液:按处方除去女贞子,然后照供试品溶液方法制备。

2.3 对照品溶液:取齐墩果酸对照品,加氯仿-无水乙醇(1:1)溶解,制成每毫升含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

## 3 实验条件

3.1 薄层条件:薄层板为含 0.5%羧甲基纤

维素钠的硅胶 G 板,以环己烷-丙酮-乙酸乙酯(4:2:1)为展开剂,饱和 30 min,展开、取出、晾干,喷 10%硫酸乙醇溶液,置 90℃烘约 10 min 至呈紫红色斑点,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定。  
3.2 扫描条件:双波长反射法锯齿扫描,  $\lambda_s = 530$  nm,  $\lambda_R = 680$  nm,  $S_x = 3$ 。

## 4 方法考察

4.1 线性关系:精密吸取对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0  $\mu$ L,点于同一块薄层板上,依法展开,显色,扫描得峰面积积分值。以点样量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,齐墩果酸在 1.13~9.04  $\mu$ g 范围内线性良好,回归方程为:  $Y = 1150.0X - 4.5$ ,  $r = 0.9991$ 。

4.2 阴性对照试验:依法点样,展开,显色,扫描。结果表明,薄层板显色后在齐墩果酸位置不出现斑点,扫描值为 0,说明阴性对照对样品中齐墩果酸的测定无干扰。

4.3 稳定性试验:精密吸取对照品溶液点于薄层板上,依法展开,显色,每隔一定时间扫描一次。结果表明,显色后 5 h 内峰面积积分值基本不变,相对标准偏差为 1.6%。

4.4 精密度试验:取同一批样品平行测定 6 次,齐墩果酸含量的均值为 3.02%,RSD 为

\* Address: Mao Lizhen, Zhejiang Academy of Medical Sciences, Hangzhou

毛丽珍,女,1964年毕业于杭州大学化学系。现任浙江省医科院副研究员。长期从事药物和化学分析研究,近年还开展新药的研制与开发。目前在主持研制与开发糖尿病治疗药“复方女贞子制剂”和参加国家自然科学基金资助项目“ $\gamma$ -氨基丁酸激发哺乳动物精子顶体反应及其信息传递”中细胞膜上脂类代谢产物的分离与鉴定。在《营养学报》和《药物分析杂志》等发表论文 20 余篇。获浙江省科技进步三等奖及国家科技进步三等奖等 5 项。

3.14%。在同一块薄层板上,对同一个对照品溶液相同点样量的6只斑点进行扫描测定,RSD为2.60%。

4.5 回收率试验:精密称取已知含量的本品内容物0.5g,准确加入齐墩果酸对照品适量,按供试品溶液的制备方法操作,依法测定,计算回收率。经计算,平均回收率为99.22%,RSD为3.45%。

### 5 样品测定

精密吸取供试品溶液3 $\mu$ L,对照品溶液1 $\mu$ L和3 $\mu$ L,分别交叉点于同一薄层板上,依法测定,结果见表1。

表1 3批样品含量测定结果

批号	含量(%)	RSD(%)	n
I	3.02	3.14	6
II	2.92	1.77	3
III	3.14	3.69	3

## Determination of Oleanolic Acid Content of Compound Nüzhenzi Capsule

Mao Lizhen, Xu Shifang, et al

Content of oleanolic acid in compound Nüzhenzi capsule was determined by TLCS on plates of silica gel G and 0.5% CMC-Na solution. The plates were developed in a solvent system of cyclohexane-acetone-ethyl acetate(4:2:1) and colored with 10% sulfuric acid-ethanol solution. Oleanolic acid was detected in the double wavelength absorbance-reflectance mode at  $\lambda_s$ (530nm) and referred at  $\lambda_R$ (680 nm). The assay is linear in the range of 1.13~9.04  $\mu$ g for oleanolic acid. Mean recovery of the assay is 99.22%.

## 苦豆子中生物碱含量测定方法新探

内蒙古农牧学院生物工程系(呼和浩特 010018) 张建华\* 乌云

**摘要** 苦豆子中生物碱具有一定水溶性,用氯仿难以提取完全。笔者采用水或pH=5.6的醋酸缓冲液作提取液,即将其中的生物碱转化成生物碱盐的方法,提取苦豆子中的生物碱。经DU-7紫外分光光度计测试,最大吸收波长为417nm,线性范围0~13 $\mu$ g/mL,变异系数0.65%,回收率:水提取为98.23%;醋酸缓冲液提取为98.72%,结果表明:测试数据准确,方法可行

**关键词** 苦豆子 总生物碱 提取法

苦豆草主要产于西北各省区及内蒙古。据文献<sup>[1]</sup>报道,它的药用部分为根或全草。其

## 6 讨论与小结

6.1 近几年来研究认为,齐墩果酸是本方主药女贞子的有效成分之一,并证明它可治疗肝炎,有抗癌活性,升白细胞,促免疫作用<sup>[1]</sup>。有文献报道,齐墩果酸能减少糖尿病大鼠的尿量及饮水量,有明显的降血糖作用<sup>[2]</sup>。我们的药理实验也证明了本品对大鼠和小鼠实验性高血糖模型有明显的降血糖作用。

6.2 采用10%硫酸乙醇为显色剂,喷雾显色剂时必须均匀,否则对结果影响较大。

6.3 只要严格按拟订方法操作,就能得到满意结果。实验表明,本法的回收率高,重现性好,方法稳定,对产品的质量控制在可行的。

### 参考文献

- 1 钟静芬,等.中兽药,1991,22(9):398
- 2 郝志奇,等.中国中药杂志,1992,17(7):429  
(1996-10-04 收稿)

\* Address: Zhang Jianhua, Dept. of Biology Engineering, Inner Mongolia College of Farming and Animal Husbandry, Huhehaote

张建华 女,1983年毕业于内蒙古广播电视大学机械专业,同年任职于内蒙古农牧学院,从事仪器分析工作。1994年晋升为实验师,1995年合作完成的内蒙古自治区自然科学基金项目“饲用玉米抗旱鉴定方法和指标的研究”已通过鉴定。1996年合作完成了“倍硫磷在牛体内的药代动力学”。现正在进行的有“果树内源激素与花芽分化关系”等科研课题。先后在全国各类刊物上发表学术论文12篇。