

变化,结果见表 2。结果表明,形成的颜色在 1 h 内基本稳定。

表 2 稳定性试验结果

t(min)	0	15	30	60	90	120
A	0.420	0.422	0.419	0.417	0.411	0.407

2.5 回收率试验:于供试品溶液中,准确加入葡萄糖对照品 10.0 mg,依法测定,测得平均回收率为 95.5%。

3 结果与讨论

3.1 在多糖测定中,因得到相应多糖标准品较困难,往往采用葡萄糖代替标准品,测定样

品多糖相对含量,因此本实验测定结果是以多糖的水解产物单糖来表示多糖的含量。

3.2 苯酚硫酸比色法测定多糖含量,方法简便易行,重现性好,所用显色剂宜临用现配并注意避光。

参考文献

1 Dubois M,et al. Anal Chem,1956,28:350
2 张惟杰.复合多糖生化研究技术.上海:上海科学技术出版社,1987.6
3 张金亭,等.吉林医药工业,1989,(2):3
(1996-09-104 收稿)

Phenol-Sulfuric Acid Method for the Determination of Polysaccharide in Shenshixiao Capsule

Zhou Caiju,Wang Jing and Gao Wenlan (Shenyang Pharmaceutical University,Shenyang 110015)

Abstract Shenshixiao capsule(SX) is a TCM preparation with *Quercus dentata* Thunb. as its main ingredient. The polysaccharide content of which was said to possess lithagogue action. A phenol-sulfuric acid method for the determination of the polysaccharide content in SX was developed and proved to be easy,sensitive and reliable. The average recovery was 95.5% with RSD=1.5%.

Key Words Shenshixiao Capsule Polysaccharide determination

高效液相色谱法测定清宫龙凤宝中淫羊藿甙的含量

湖南省药品检验所(长沙 410001) 李文莉* 杜 赫

摘 要 用高效液相色谱法测定清宫龙凤宝中淫羊藿甙的含量,采用 Spherisorb C₁₈柱,4.6 mm×150 mm,流动相甲醇-水(50:50),流速 1.0 mL/min,检测波长 270 nm。测定结果平均回收率为 101.38%,RSD=2.1%。
关键词 清宫龙凤宝 淫羊藿甙 高效液相色谱法 含量测定

清宫龙凤宝〔湘卫药标字第 185 号(1993)〕是一种壮阳强肾,治疗因体质较弱引起的性机能疾病及因劳累过度引起的精力不济,大脑疲倦等症的新药。本药处方中的淫羊藿,具有补肝肾,强筋骨之功效。淫羊藿甙为淫羊藿的主要有效成分,因此,我们建立了高效液相色谱法测定本药中淫羊藿甙的定量方法。该法准确、简单、回收率高、重现性好、结

果满意。
1 仪器与试剂
仪器:日本岛津 LC-4A 高效液相色谱仪,SPD-2AS 紫外检测器,C-R2AX 数据处理机;SIL-2AS 自动进样器;CTO-2AS 恒温柱箱。
试剂:淫羊藿甙对照品(中国药品生物制品检定所);甲醇为色谱纯,乙酸乙酯为分析

* Address:Li Wenli,Hunan Municipal Institute for Drug Control,Changsha
李文莉,中南工业大学化学系毕业,学士,主管技师。主要从事中西药物的分析检验及药品质量标准的研究工作,几年来着重于药品的仪器分析研究,先后在《药物分析杂志》、《色谱》上发表有关氨甲环酸顺式异构体限量检查及 HPLC 法对柚皮甙的含量测定等论文,制订了正清风痛宁片剂、注射液,替硝唑栓等药品质量标准。

• 16 •

纯,水为重蒸水。

2 色谱条件

色谱柱:Spherisorb C₁₈,5μm,4.6 mm×150 mm(大连物化所填制),流动相甲醇-水(50:50),流速 1.0 mL/min;柱温:30℃;检测波长:270 nm;灵敏度:0.02AUFS;进样量:10 μL。

3 标准曲线的制备

精密称取干燥至恒重的淫羊藿甙对照品 5.0 mg 于 100 mL 容量瓶,加甲醇 50 mL 溶解后,加水稀释至刻度。取此溶液分别进样 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0 μL。在上述色谱条件下测定,记录峰面积与进样量。淫羊藿甙在 0.1~0.8 μg 范围内峰面积 Y 与浓度 X 线性关系良好,其回归方程为:Y=1.885×10⁵X-1.154×10³,r=0.99997。

4 回收率试验

取同一批样品 5 份,各 10.0 mL,各精密加入约 100 μg/mL 的淫羊藿甙对照品溶液

2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0 mL,于水浴上将甲醇挥尽,加乙酸乙酯 20 mL,超声处理 10 min,静置分取乙酸乙酯层,反复 5 次,合并乙酸乙酯于蒸发皿中,于 65℃水浴上蒸干,用 25 mL 甲醇溶解残渣至 50 mL 量瓶中,用 10%(pH=4.0,0.1 mol/L 盐酸调)的 NaCl 溶液稀释至刻度,于 0℃以下冷冻 30 min,微孔滤膜过滤。取此溶液与适当浓度的淫羊藿甙对照品溶液各 10 μL,进样测定,以外标法所得测定值计算得平均回收率为 101.38%,RSD=2.1%(n=6)。对照品溶液色谱图与样品中加对照品溶液的色谱图见图 1。

5 样品测定

精密量取本品 10.0 mL,置具塞三角瓶中,照“回收率试验”项下,从“加乙酸乙酯 20 mL”起依法操作,测定淫羊藿甙含量,以外标法进行计算。样品溶液色谱图见图 1-3,6 批样品中淫羊藿甙含量见表 1。

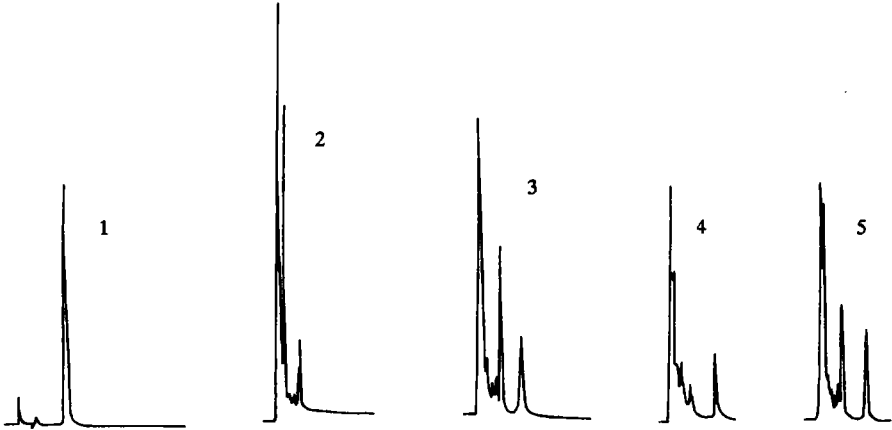


图 1 样品 HPLC 图谱

1-淫羊藿甙对照品 2-阴性对照样品 3-清宫龙凤宝样品 4-淫羊藿药材 5-样品加淫羊藿甙对照品

表 1 6 批清宫龙凤宝含量测定结果

批号	淫羊藿甙含量(g/mL n=3)	RSD(%)
930512	0.0123	1.5
930513	0.0114	2.0
930906	0.00772	1.9
930514	0.0117	0.8
930907	0.00999	1.7
930908	0.0102	1.1

6 淫羊藿药材含量测定

取淫羊藿药材适量,加水提取 2 次,合并提取液,浓缩至一定量,取适量照样品含量测

定方法处理,测得结果如表 2。

7 小结与讨论

7.1 清宫龙凤宝是一种含多味动物药的口服液,我们采用乙酸乙酯提取之后,用盐析的方法,加入酸性的 NaCl 溶液,于 0℃下冷冻以使蛋白质沉淀,从而除去蛋白质,延长色谱柱的寿命。

7.2 经过试验表明,用乙酸乙酯提取 5 次之

后,淫羊藿甙已基本提取完全。

表 2 6 批淫羊藿药材含量测定结果

批号	1	2	3	4	5	6
淫羊藿甙含量(%)	0.737	2.07	0.897	0.223	1.31	0.0822
RSD(%)	1.5	2.0	1.8	0.6	1.8	1.9

7.3 药材含量测定结果表明,不同来源的淫羊藿药材其淫羊藿甙含量差异很大,甚至有几十倍之悬殊。因此生产厂家应严格控制投

料用药材质量,以确保产品质量。

7.4 缺淫羊藿的清宫龙凤宝按样品测定法测试所得色谱图(见图 1-2),表明样品中其它组分对淫羊藿甙的测定无干扰。

7.5 本文所建立的方法基本适用于含淫羊藿甙的制剂中淫羊藿甙的含量测定。

(1997-08-18 收稿)

Determination of Icarrin in Qinggonglongfengbao Oral Liquid by HPLC

Li Wenli,Huang Mu and Du He (Hunan Provincial Institute for Drug Control,Changsha 410001)

Abstract A method for the determination of icarrin in Qinggonglongfenbao Oral Liquid by Rp-HPLC was described. A 150 mm×4.6 mm id. Spherisorb C₁₈ column was used with methanol-water(50 : 50) as the mobile phase at a flowrate of 1.0 mL/min and detected at 270 nm. The cefficient of icarrin was less than 2.2% and the recovery was more than 101.0%. The method is simple,rapid,sensitive and of excellent precision.

Key Words HPLC Qinggonglongfengbao Oral Liquid icarrin

海马补肾丸的质量控制探讨

天津中医学院(300193) 宋新波* 张丽娟 陈妍**

摘 要 对海马补肾丸组方的药味进行显微及薄层鉴定,为产品的质量控制在提供依据。

关键词 海马补肾丸 显微鉴定 薄层鉴定

海马补肾丸由天津乐仁堂制药厂生产,为传统中成药水丸剂。组成药物有:海马、人参、龙骨、枸杞子、驴肾等,有滋阴、补肾、强壮、健脑之功。主治体弱、气血两亏、肾气不足、面黄肌瘦、心跳气短、腰酸腿疼、健忘虚喘等症。有报道^[1]海马补肾丸的显微鉴定,系 80 年代初海马补肾丸出口方的黑白显微摄影图及描述。但是处方与现行内销不尽相同,其中个别动物药误将杂质当作鉴别特征,图像清晰度欠佳。鉴于此,我们对内销海马补肾丸(批号 960614)进行了显微鉴定,逐一检出其

主要组成药物,共 18 种,避开交叉特征,排除干扰,描述各药具鉴别价值的显微特征,并绘制黑线图,同时进行薄层层析,鉴别其中的贵重药人参和鹿茸,与显微鉴定结论吻合,为海马补肾丸的质量控制提供参考。

1 显微鉴别

1.1 海马:横纹肌纤维:碎片淡黄色,长约 80 μm,直径约 40 μm,表面有细密横纹,横纹平行或微波状,横断面呈菱形。

1.2 人参:a)树脂道:纵断面碎片黄色,长约 42 μm,直径约 28 μm;腔道中含红棕色条块

* Address:Song Xinbo,Tianjin College of Traditional Chinese Medicine,Tianjin
宋新波 1986 年毕业于北京中医药大学中药系。曾主持药厂筹建,产品开发等多项工作。现任天津中一制药有限公司副总经理,工程师。
** 本院 97 届毕业生