

四妙勇安汤是实用古代名方,其有效成分的含量未见文献报道。我们采用两种方法测定该方醇提液中阿魏酸的含量,所得结果比较接近,说明方法比较合理、可靠。

1 鲍相敦. 验方新编. 二卷. 天津, 天津科技出版社, 89
2 吕瑞绵, 等. 中草药, 1980; 11(9): 395
(1997-08-13 收稿)

Assay of Ferulic Acid (FLA) in Simiaoyongan Decoction

Jiang Jianqin, Liang Jingyu, Hang Yajun, *et al.* (Department of Phytochemistry, China Pharmaceutical University, Nanjing 210009)

Abstract The content of ferulic acid in Simiaoyongan Decoction(SMYAD), a traditional recipe originated in the late Qing Dynasty containing a decoction of four wonderfully effective herbal drugs for the safe recovery of arteriosclerotic gangrene and erythromelalgia etc. , was determined by TLC-scanning and TLC-spectrophotometry. The sample solution was spotted on silica gel G plate and the developing solvent was benzene : ethyl acetate : methanol(16 : 4 : 1)and 3 drops of formic acid. There was no significant difference between the results obtained by the two methods.

Key words TLC-scanning TLC-spectrophotometry Simiaoyongan decoction ferulic acid

止淋胶囊中牡丹酚质控标准的研究

天津医科大学药学院(300070) 李惠芬* 王丽洁

摘 要 止淋胶囊中牡丹酚是其主要有效成分之一,根据牡丹酚易随水蒸气馏出的特点,提取分离并应用紫外分光光度法对其进行了定性定量分析,通过引进助色团-OH,使波长长移,消除了空白干扰,加样回收率 98.75%(*n*=6),*RSD*=0.68%。

关键词 止淋胶囊 牡丹酚 水蒸气蒸馏 助色团 紫外分光光度法

中药止淋胶囊是由牡丹、爵床等多味中药组成,具有补脾益肾、解毒利湿、活血化瘀的作用,经过 30 多年临床应用于慢性肾盂肾炎治疗,证明疗效确切,但其质量标准未见报道。笔者研究发现,用原工艺生产的成药已不含牡丹酚(paeonol)。改进工艺后生产的样品检出了牡丹酚^[1~6],为工艺改进提供了实验数据,为该药建立了质控标准,结果准确可靠。

1 仪器和试剂

岛津 UV-240 紫外分光光度计;牡丹酚标准品(中国药品生物制品检定所),止淋胶囊、牡丹皮及阴性对照品(天津中医学院第二

附属医院);所用试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 供试液的制备:取止淋胶囊 5 粒,去胶囊皮后精密称定内药 1.3600 g 以水蒸气蒸馏,收集馏出液 450 mL,置于 500 mL 容量瓶中,精密移取 5 mol/L NaOH 溶液 10 mL,加水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;以同样方法制备改进工艺后的样品、阳性及阴性对照液。

牡丹酚标准品溶液制备:精称牡丹酚标准品 0.0150 g,用 0.1 mol/L NaOH 溶液定容 100 mL,摇匀,使之成为 0.15 mg/mL 溶液,作为标准溶液。

* Address:Li Huifen,College of Pharmacy,Tianjin University of Medical Sciences,Tianjin
• 594 •

照上述方法配制不加 NaOH、只由水稀释定容的原工艺样品,新工艺样品、阳性、阴性对照液及标准溶液。

2.2 定性分析:取上述不加 NaOH 的原工艺、新工艺两种样品溶液、阳性、阴性对照液及标准溶液,分别在 200 nm~400 nm 波长范围内扫描,得吸收光谱。结果显示:原工艺样品无明显吸收峰,而标准品及阳性单味药均在 274 nm 波长处有最大吸收,原工艺样品的图谱也与标准品及阳性单味药图谱不一致;改进后的工艺样品的最大吸收波长和图谱均与标准品及阳性单味药的波长和图谱一致。

再取上述加 NaOH 的原工艺、新工艺两种样品溶液、阳性、阴性对照液及标准溶液,分别在 200 nm~400 nm 波长范围内扫描,测得吸收光谱。结果显示:新工艺样品、阳性单味药及标准品图谱一致,最大吸收波长均为 348 nm,原工艺样品在 348 nm 处无峰。

上述结果表明,改进工艺后制备的样品中含有牡丹酚,而原制备工艺生产样品时牡丹酚损失殆尽。

表 1 样品测定结果(n=6)

批 号	1996-1		1996-2		1996-3		RSD%
浓度(C)	9.7834	9.7289	9.7461	9.6696	9.7289	9.7461	0.39
mg/粒	1.62×10^{-3}	1.62×10^{-3}	1.62×10^{-3}	1.62×10^{-3}	1.62×10^{-3}	1.62×10^{-3}	

2.3.4 稳定性实验:照 2.1 项制得供试品溶液(改进工艺后的样品)、标准溶液,间隔 0.5、1.0、1.5、2.5、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0、9.0、10.0 h 测定吸收度,8 h 之内吸收度是稳定的。

2.3.5 回收率实验:在样品中精密加入标准溶液适量,按上述方法测定吸收度,计算回收率为 98.75%, $(n=6)$, $RSD=0.68\%$ 。

3 结果与讨论

3.1 采用水蒸气蒸馏,以水为溶剂,在 274 nm 波长测定止淋胶囊中牡丹酚含量,空白有干扰,以本文方法测定可消除干扰,结果准确可靠。

3.2 实验发现,若以 2,6-二氯苯醌氯亚胺-四硼酸钠(1:32)混合粉末少许,摊匀在微沸

2.3 定量分析

2.3.1 干扰分析及消除:阴性对照液在 274 nm 吸收度大于 0.10 A;加碱的阴性对照液在 273 nm 吸收度大于 0.08 A,均有较大干扰。当加碱后,引进-OH 助色团,无论是改进工艺后的样品、标准品、单味阳性对照品,第二吸收峰均为移至 348 nm,此波长处加碱的阴性对照液吸收度为 0.006 A,不干扰样品测定。

2.3.2 标准曲线的制备:准确吸取 2.1 项下的标准品溶液 0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L NaOH 溶液稀释至刻度,摇匀。以 0.1 mol/L NaOH 溶液为空白,选择自动计算模式,得回归方程:

$$A=23.49 C+0.0404, r=0.9999$$

得线性范围 1.5 $\mu\text{g/mL}$ ~24.0 $\mu\text{g/mL}$, $r=0.9999(n=3)$ 。

2.3.3 含量测定:照 2.1 项制得供试品溶液,用最小二乘法自动进行浓度计算含量。结果见表 1

的被检馏出液试管口的润湿滤纸上,以滤纸显蓝色,判断馏出液有无样品成分馏出,并不十分灵敏;本文在考查体积的小样实验中,每考查一体积时,接 2 mL 馏出液用紫外测定吸收度的方法准确灵敏。

3.3 关于馏出体积,曾考查了 200、250、300、350、400、450、500 mL,判定馏出 450 mL 体积之后无牡丹酚馏出,因此,实验收集馏出液至 450 mL 为止。

3.4 实验了直接蒸馏法提取牡丹酚,扫描所得光谱及最大吸收波长均与水蒸气蒸馏一致,但大量脂溶性杂质也随之馏出,故仍以水蒸气蒸馏为佳。

3.5 实验还考察了 5 种不同浓度即 3、4、5、6、7 mol/L NaOH 溶液对吸收度增强效应的

影响,结果以 5 mol/L 为佳。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典,一部,1990;145
- 2 江苏新医学院编.中药大词典(上册).1986;1127
- 3 汪宝琪,等.中国药学杂志,1994;29(1):35

4 张爱岑,等.中成药,1994;19(12):12

5 周海梅,等.中草药,1995;26(6):325

6 沙世炎,等.中草药有效成分分析法.北京:人民卫生出版社,1982;112

(1997-12-31 收稿)

Studies on the Quality-control Standard of Paeonol in Zhilin Capsule

Li Huifen and Wang Lijie (College of Pharmacy, Tianjin University of Medical Sciences, Tianjin 300070)

Abstract Paeonol is one of the active components of the anti-gonorrheic preparation Zhilin capsule.

As it is volatile with steam, paeonol can be separated from the preparation by steam distillation and determined qualitatively and quantitatively by visible and ultraviolet spectrophotometry. With the addition of an auxochrome-OH, blank interference can be eliminated and a recovery rate of added sample of 98.75% ($n=6$). $RSD=0.68\%$ was obtained.

Key words Zhilin capsule paeonol ultraviolet visible spectrophotometry

黄芩素诱导体紫外吸收清除 O_2^- 和抑制酪氨酸酶性能的研究

汕头大学医学院化学教研室(515031) 方 冶*

摘 要 从中药黄芩中提取了黄芩素诱导体(SD),并经纯化后对其紫外吸收、清除超氧阴离子自由基(O_2^-)和抑制酪氨酸酶的作用进行试验。结果为:在 190 nm~400 nm 范围内各波长都有强吸收,清除(O_2^-)的 C_{50} 为 0.13 mg/L,抑制酪氨酸酶的 C_{50} 为 0.06 g/L。提示 SD 可作为一种高效多功能的防晒添加剂。

关键词 黄芩 黄芩素诱导体(SD) 超氧阴离子自由基(O_2^-) 酪氨酸酶 防晒添加剂

从具抗菌消炎作用的中药黄芩中提取了黄芩素诱导体(SD),经纯化后对其进行紫外吸收、清除 O_2^- 和抑制酪氨酸酶的试验,证实它在 190 nm~400 nm 范围内各波长的紫外线都有强吸收,并发现它对 O_2^- 有显著的清除作用和对酪氨酸酶有明显的抑制作用。提示不但有优异的紫外吸收性能,还有保护皮肤、增白皮肤的作用,而且具有防治皮炎、皮肤癌、黑斑及黑色素瘤的作用。现报道如下。

1 材料和方法

1.1 仪器和试剂:UV-120 紫外可见分光光度计, HF-1 化学发光仪。

黄嘌呤氧化酶(XOD,东风公司,1.938 μ /mL, 0.313 μ /mL),超氧化物歧化酶(SOD,华东理工大学,6 000 μ /mg. prot.),次黄嘌呤(HX,Fluka),酪氨酸酶(EC,1.1.4.1,8.1, Sigma),左旋多巴(Sigma),鲁米诺(Luminol, Merck-Schuchardt),黄芩素诱导体(从市售黄芩提取,重结晶法纯化后为淡黄褐色粉末);其它试剂均为 AR 级。

XOD、HX 和 Luminol 分别以 pH10.2 含 0.1 mmol/L EDTA 的 0.05 mol/L 碳酸盐缓冲液稀释;SOD 以 pH7.8 含 0.1 mmol/L EDTA 的 0.05 mol/L 磷酸盐缓冲液稀释;

* Address: Fang Ye, Department of Chemistry, Medical College of Shantou University, Shantou
方 冶 36 岁,讲师。1936 年毕业于华中师大化学系,并获学士学位;1993 年中国科技大学修读“仪器分析”专业研究生课程。主要从事医用化学的教学工作和药物检验的研究工作,食品防腐、日用化学品制作等工作。