

作者经实验表明葡萄糖与 *o*-T 试剂显色 30 min 所作的标准曲线求出的总糖含量与显色 10 min 相差无几,可以肯定,显色 30 min 对总糖测定无明显影响。

3.3 氧化亚铜法、Somogyi 法、间接碘量等测定总糖多需除蛋白<sup>[5~7]</sup>再行测定,不仅操作繁琐,而且误差大,本实验方法不必沉淀蛋白质(作者作了对照实验),减少了操作误差,显色灵敏,操作简便。但在水解后调 pH 时,不能调成碱性,应稍偏酸性,实验证实,调成碱性(或再用 HCl 调成微酸性)都降低显色后溶液的吸收度,使测量结果偏低。

3.4 Vit C 是多种植物及果实中的重要营养成分,在碱性条件下具有较强的还原性<sup>[8]</sup>,常干扰碘量法、氧化亚铜法、Somogyi 法等总糖测定,使结果偏高,本法利用 *o*-T 试剂在强酸性环境中加热与糖类的醛基所发生的反应,不受 Vit C 的干扰,经作者证实样品含有 90 mg/100 g Vit C 不影响本实验,因此该法较前几种方法特异,准确。

3.5 多糖类化合物是多种中草药的有效成

分之一,某些多糖还具有抗癌、抗炎、抗病毒、提高免疫力等作用<sup>[9]</sup>,而多糖多无法直接测定<sup>[6]</sup>。本法既能测定总糖,还可测定还原糖,二者之差即为多糖,这样可粗略估计中草药中多糖的含量,有利于制剂的质量评定。

3.6 从实验结果可以看出,无花果熟果糖量较高,幼果与叶中糖量无多大差别,其可溶性糖类的定性鉴别,有待进一步继续研究。

致谢:在本实验的研究过程中,得到了尹卫平博士的亲自指导,在此表示感谢。

#### 参考文献

- 1 尹卫平,等.中国药物化学杂志,1997,7(1):46
- 2 尹卫平,等.中草药,1997,28(1):3
- 3 尹卫平,等.新乡医学院学报,1995,12(4):316
- 4 尹卫平,等.新乡医学院学报,1995,12(2):116
- 5 周采菊,等.中草药,1996,27(9):538
- 6 黄宗秀,等.中药材,1990,13(1):32
- 7 北京大学生物系.生物化学实验指导.北京:北京人民教育出版社,1982:3
- 8 阎福林主编.医用化学实验技术指导.成都:成都科技大学出版社,1998:3
- 9 中国科学院上海药物研究所编著.中草药有效成分提取与分离.上海:上海科学技术出版社,1983:7

(1998-12-15 收稿)

## 苍脂颗粒剂中补骨脂素的含量测定<sup>△</sup>

北京市中医研究所(100010) 何 薇 曾祖平  
北京中医医院药剂科 李卫敏

**摘 要** 采用单波长锯齿扫描法测定了苍脂颗粒剂中补骨脂素的含量。并进行了方法学考查,回收率为 96.76%,线性范围为 0.38~1.90  $\mu\text{g}$ ,相关系数为 0.9996。

**关键词** 苍脂颗粒剂 薄层扫描法 补骨脂素 含量测定

苍脂颗粒剂是以北京中医医院消化科主任医师赵荣来大夫三十多年的临床经验处方为基方,经科学加工而成的中成药(已申报新药),由苍术、补骨脂、石斛、肉桂、厚朴、木香、

乌药、吴茱萸、干姜等药味组成,具有燥湿健脾补肾,增加胃动力的功效。我们以本品中的主药补骨脂中的有效成分补骨脂素为指标,监测药品的质量,实验方法如下:

\* Address: He Wei, Beijing Institute of Traditional Chinese Medicine, Beijing

何 薇 1983 年毕业于北京联合大学中医药学院中药系,获学士学位。现为副主任药师,主要从事中药剂改研究以及中药新药的开发工作。曾参加多项市、局级科研课题和中药三类药及中药保健品的开发研究。发表论文 10 余篇。“中药祛斑增白面膜的研制及临床与实验研究”获北京市中医管理局科技成果一等奖。

<sup>△</sup>本课题为北京市科委新药开发基金资助项目

## 1 仪器和试剂

CS-9000 薄层扫描仪(日本岛津公司);三用紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂);929-自动薄层铺板器(重庆贝可得公司);对照品补骨脂素由中国药品生物制品检定所提供,批号:739-9203,纯度试验:96.12%。

试剂:均为分析纯;硅胶 G(青岛海洋化工厂);定量毛细管(Drummod USA);苍脂颗粒剂:自制;批号 961216,970402,970409。

## 2 方法与结果

2.1 对照品溶液的配制:精密称取补骨脂素对照品,加醋酸乙酯制成每 1 mL 含 0.38 mg 的溶液。

2.2 薄层层析及扫描条件:自制薄层板:硅胶 G 加 0.5%CMC-Na,自然干燥后 105 °C 活化 30 min,厚度为 0.25 mm。

展开剂:第一次:苯-醋酸乙酯(9.5:0.5),第二次:苯-醋酸乙酯(10.5:0.5)。

紫外灯(254 nm)下定位(见图 1)。

扫描条件,测定波长 305 nm;反射法锯齿扫描;扫描速度 0.04 mm;零点设定方式;见扫描图 2。

2.3 标准曲线的绘制:精密吸取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5 mL, 分别点于同

一硅胶 G 薄层板上,按层析条件用展开剂 1 展开 6

cm,取出,晾干,再以展开剂 2 展开 9 cm,取出晾干,紫外灯(254 nm)定位,按扫描条件测定,以浓度为横坐标,以面积积分值为纵坐标绘制标准曲线,补骨脂素在 0.38~1.90 μg 内呈线性关系,其回归方程为  $Y = 16224.457 + 56626.497X$ ,  $r = 0.9996$ 。

2.4 精密度考察:同板精密度考察:将对照品溶液的同一浓度点于同一薄层板上,按上述方法测定,计算  $RSD = 1.16\%$  ( $n = 6$ )。

异板精密度考察:将对照品溶液的同一

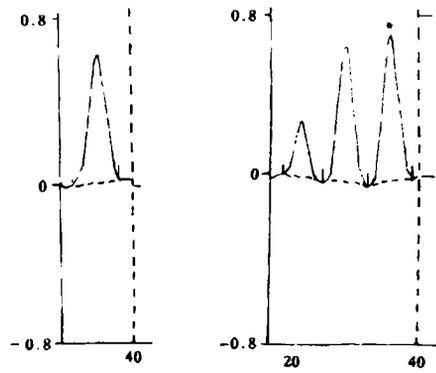


图 2 扫描图

浓度点于不同的薄层板上,展开后扫描测定,计算  $RSD = 1.64\%$  ( $n = 5$ )。

仪器精密度考察:对同一样品展开后的补骨脂素斑点连续扫描 5 次,计算  $RSD = 0.47\%$  ( $n = 5$ )。

2.5 稳定性试验:样品展开后,每隔 45 min 扫描一次,结果样品在 3 h 之内面积积分值稳定。

2.6 重复性试验:按测定方法对同一批号样品平行测定 6 次,平均值为 1.4473 mg/g,  $RSD = 1.86\%$  ( $n = 6$ )。

2.7 空白试验:取除去补骨脂的其它药味按工艺制成空白颗粒,再按样品测定的方法提取并展开测定,结果空白对照对测定无干扰。

2.8 回收率试验:精密称取已知含量的同批号样品 0.9 g,共 5 份,分别精密加入补骨脂素对照溶液(11.3 mg→10 mL)1.0 mL,按样品测定方法提取并层析扫描测定,结果平均回收率为 96.76%, $RSD = 0.77\%$ 。

2.9 样品的含量测定:精密称取苍脂颗粒 2 g,加入 40 mL 热水溶解,放冷,加入 0.3 mL 浓盐酸,以醋酸乙酯振摇提取 4 次(50, 30, 30, 25 mL),合并提取液,以 0.1%氢氧化钠溶液 50 mL 洗涤一次,弃去,再以水 50 mL 洗涤一次,弃去,蒸干提取液,以醋酸乙酯溶解残渣并移至 10 mL 量瓶中,加醋酸乙酯至刻度,摇匀。吸取 2 mL 样品和对照品 1, 2 mL, 分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按薄层条件层析,扫描测定。以外标两点法计算

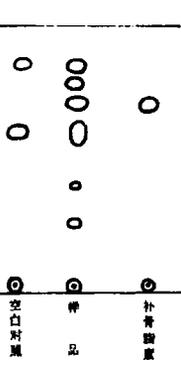


图 1 样品的薄层图

含量,结果见表1。

表1 样品测定结果

批号	补骨脂素含量(mg/g)		平均值
961216	1.4150	1.4364	1.4257
970402	1.5953	1.6706	1.6330
970409	0.9243	1.0147	0.9695

### 3 讨论

本制剂为中药复方制剂,药味多,成分复杂,在展开剂的选择上,经过多次反复试验,经两次展开,可使补骨脂素能很好地分离,达到薄层扫描的要求。

在样品的前处理中,醋酸乙酯提取液经

0.1%氢氧化钠溶液洗涤后,展开后薄层板背景很干净。

致谢:本制剂所用补骨脂药材为豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的果实,由北京市药品检验所中药室主任周富荣老师鉴定。

#### 参考文献

- 1 中华人民共和国药典中药薄层谱彩色图集.广州:广东科技出版社,1993:52
- 2 宋金春,等.中国医院药学杂志,1995,15(2):63
- 3 甄汉深,等.中药材,1996,19(7):359

(1998-12-03 收稿)

## 健身悦颜丹质量标准研究

河南竹林众生制药股份有限公司(郑州 450001) 李鸿雁\* 张立壮 陈进 梁生旺\*\*

**摘要** 用薄层层析对健身悦颜丹中女贞子、白芍进行定性鉴别,用薄层扫描法测定大黄素含量。并用正交设计实验对定量条件进行了优选,回收率 97.36%,精密度好( $RSD=2.28\%$ ),可起到控制本品质量之目的。

**关键词** 薄层层析 薄层扫描法 何首乌 白芍 女贞子 大黄素

健身悦颜丹由制何首乌、女贞子、当归、白芍等组成。具有滋补精血、养肝和肝、行气化痰之功,适用于面部黄褐斑、妇女乳房肿块、子宫肌瘤等症。

本品中制何首乌为君药,含蒽醌类成分,主要为大黄素、大黄酚和大黄酸等,故拟测定大黄素的含量来控制其内在质量。并用正交设计试验对提取条件进行优选,并获得满意结果。又对女贞子、白芍进行了定性鉴别。

### 1 仪器与试药

岛津 CS-930 型薄层扫描仪(日本);定量毛细管(美国);PBQ-I 型薄层铺板器(重庆);薄层层析用硅胶 G(青岛海洋化工厂);大黄素、齐墩果酸、芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所);其它试剂均为分析纯。

### 2 定性鉴别

#### 2.1 女贞子的鉴别

2.1.1 供试品溶液:取本品粉末 1 g,加乙醚 20 mL 加热回流 2 h,滤过,滤液蒸发至干,残渣加无水乙醇 2 mL 溶解。

2.1.2 阴性对照溶液:取阴性对照粉末(缺女贞子)1 g,按供试品溶液方法制备。

2.1.3 对照品溶液:取齐墩果酸对照品,加无水乙醇制成 1 mg/mL 的溶液。

2.1.4 薄层层析:取供试品溶液、阴性对照溶液、对照品溶液各 4  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-甲酸(40:1:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以磷钼酸试液在 105℃ 烘约 5 min。见图 1。

#### 2.2 白芍的鉴别

\* Address: Li Hongyan, Zhulinhongsheng Pharmaceutical Co. Ltd., Zhengzhou  
\*\* 河南中医学院中药系