

色, 未见生物碱斑点; 给剩余供试品液中加入改良碘化铋钾试液 2 滴, 均显阴性。表明培养基中无生物碱, 生物碱仅存在于培养物组织中。

3 讨论

3.1 对愈伤组织和芽两种培养物中总生物碱和西贝母碱进行分析(见表2)。结果表明, 芽中总生物碱和西贝母碱含量明显高于愈伤组织, 两者之间有极显著差异($P < 0.01$), 其中 ER 培养基中两者含

表2 愈伤组织与芽中总生物碱和西贝母碱含量比较

部位	总生物碱($\% \bar{x} \pm s$)	西贝母碱($\% \bar{x} \pm s$)
愈伤组织	0.073 ± 0.009	0.007 ± 0.005
芽	$0.179 \pm 0.024^{**}$	$0.058 \pm 0.005^{**}$

与愈伤组织比较: $^{**} P < 0.01$

量最高。芽中总生物碱和西贝母碱含量比药材中两者含量均高(伊贝母鳞茎中总生物碱和西贝母碱含量分别为 0.14% 和 0.04%^[2]), 有一定的开发价值。

3.2 培养基中无生物碱, 与高山林等人在暗紫贝母培养中所得结论一致^[3]。这对培养方法有选择性意义, 如固定化培养、连续发酵培养在技术上存在限制, 同时对一般工艺亦有参考价值。

参考文献:

- [1] 王文杰. 贝母[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.
- [2] 沙振方, 孙文基, 范伟, 等. 几种贝母中总生物碱和西贝母素的含量测定[J]. 中草药, 1988, 11(1): 35-37.
- [3] 高山林, 朱丹妮, 蔡朝辉, 等. 暗紫贝母鳞茎器官培养生长特征和生物碱累积研究[J]. 中国药科大学学报, 1992, 23(3): 144-147.

三波长分光光度法测定牙痛一粒丸中脂蟾毒配基的含量

宋宝鹏¹, 王志光²

(1. 鸡西市药品检验所, 黑龙江 鸡西 158100; 2. 鸡西市人民医院药剂科, 黑龙江 鸡西 158100)

摘要: 目的 测定牙痛一粒丸中脂蟾毒配基的含量。方法 利用三波长分光光度法。结果 对样品未经分离, 直接测定, 方法的平均回收率为 98.7%, $RS D$ 为 0.83%。结论 三波长分光光度法可作为该药质量控制指标之一。

关键词: 三波长分光光度法; 脂蟾毒配基; 牙痛一粒丸

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)01-0033-02

Determination of content of resibufogenin in YATONG YILI PILL by tri-wavelength spectrophotometry

SONG Bao-peng¹, WANG Zhi-guang²

(1. Jixi Institute for Drug Control, Jixi Heilongjiang 158100, China; 2. Department of Pharmacy, Jixi People's Hospital, Jixi Heilongjiang 158100, China)

Key words: tri-wavelength spectrophotometry; resibufogenin; YATONG YILI PILL

牙痛一粒丸由蟾酥、朱砂、雄黄和甘草 4 味药材制备而成, 是用于治疗风火牙痛、牙龈肿痛和龋齿引起肿痛的常用中成药。1995 年版《中华人民共和国药典》一部仅对蟾酥等药材作薄层定性鉴别, 无定量控制指标。本文利用三波长分光光度法, 测定蟾酥中脂蟾毒配基的含量, 作为控制该药质量的指标之一。

1 仪器与药品

岛津 VU-265 自动记录分光光度计(日本)、SP5200 超声清洗器。脂蟾毒配基(中国药品生物制品检定所), 试剂均为分析纯。牙痛一粒丸及原料药材均为市售品。药材经鉴定均为正品。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的配制: 精密称定样品细粉 0.5 g, 加石油醚(60 ~ 90 °C) 20 mL, 超声提取 10 min, 离心, 残渣加氯仿 30 mL, 超声提取 50 min, 过滤, 残渣用氯仿 20 mL 冲洗, 合并滤液, 蒸干, 残渣用乙醇定容至 100 mL 后, 精取 2.5 mL 用乙醇定容至 25 mL, 得供试品溶液。

2.2 空白对照液的制备: 精密称取按药典处方配制的样品细粉 0.5 g, 加石油醚(60 ~ 90 °C) 20 mL, 超声提取 10 min, 离心, 残渣加氯仿 30 mL, 超声提取 50 min, 过滤, 残渣用氯仿 20 mL 冲洗, 合并滤

收稿日期: 2000-05-18

作者简介: 宋宝鹏(1967-), 男, 辽宁东沟人, 主管药师, 理学学士学位。1990 年毕业于黑龙江中医学院, 1990 ~ 至今在黑龙江鸡西市药品检验所, 主要进行中药质量标准研究。Tel: (0467) 2364391

液, 浓缩至 1 mL, 作为供试品液, 另取脂蟾毒配基对照品适量, 加氯仿制成每 2 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法实验, 吸取上述两种溶液各 10 μ L, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以环己烷-氯仿-丙酮(4 : 3 : 3) 为展开剂(中华人民共和国药典 . 1995: 421), 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(254 nm) 下检视, 定位, 刮取除脂蟾毒配基以外的所有斑点, 用乙醇洗脱, 洗脱液定容至 10 mL, 得空白对照液。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取脂蟾毒配基适量, 加乙醇制成 0.1 mg/mL 的对照品溶液。

2.4 标准曲线的制备: 分别取脂蟾毒配基对照品溶液 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 mL 于容量瓶中, 加乙醇至刻度, 摇匀, 分别测定 320.0, 299.0, 280.0 nm 波长处的吸光度, 根据下列公式计算 ΔA 值。

$$\Delta A = A_2 - \frac{(\lambda_2 - \lambda_3) A_1 + (\lambda_1 - \lambda_2) A_3}{\lambda_1 - \lambda_3}$$

以 ΔA 值为横坐标, 相应的浓度为纵坐标, 进行线性回归, 得回归方程: $C = 0.1656 \Delta A - 0.0001$, $r = 0.9999$, 表明浓度在 0.005 ~ 0.06 mg/mL 范围内线性关系良好。

2.5 样品测定: 取供试品溶液测定 320.0, 299.0, 280.0 nm 波长处的吸光度, 根据公式计算 ΔA 值, 将其代入回归方程计算, 即可得出脂蟾毒配基含量, 测定结果见表 1。

2.6 回收率实验: 精密称取已测知脂蟾毒配基含量的牙痛一粒丸细粉约 0.5 g, 定量加入脂蟾毒配基对照品 3 mg, 然后依法测定脂蟾毒配基含量, 其结果平均回收率为 98.76%, RSD 为 0.83% ($n = 5$)。

表 1 脂蟾毒配基含量测定结果

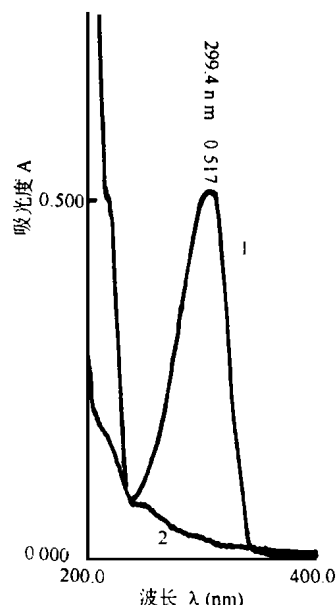
编号	厂家	批号	含量 (%)		
			1	2	平均值
1	A	981208	0.70	0.69	0.70
2	A	980514	0.81	0.82	0.82
3	B	950813	4.43	4.42	4.42
4	B	970621	1.16	1.15	1.16

2.7 精密度实验: 取同一批样品依法测定, 平均含

量为 1.16%, RSD 为 0.88% ($n = 5$)。

3 讨论

3.1 测定波长与组合波长的选择: 测定对照品溶液及空白对照液 UV 图谱, 结果见图 1。根据图 1, 用作图法粗选三波长, 然后在此三波长处测定空白对照液的吸光度(测定时用硅胶 GF₂₅₄ 的乙醇洗脱液作空白对照), 结果在 $\lambda_1 = 320.0$ nm, $\lambda_2 = 299.0$ nm, $\lambda_3 = 280.0$ nm 波长处空白对照液的 ΔA 为零, 因此选定该波长组为测定波长。



1-脂蟾毒配基 2-空白对照

图 1 样品 UV 图谱

3.2 不同浓度空白对照液对测定的影响: 配制不同浓度的空白对照液, 在选定的三波长 320.0, 299.0, 280.0 nm 波长处测定吸光度, 计算 ΔA 值, 结果表明, 用三波长法测定基本能消除干扰。

3.3 样品提取时间及稳定性实验: 取供试品溶液, 间隔 10 min 测定, 结果 50 min 已提取完全。24 h 后测定三波长的吸光度, ΔA 值基本无变化, 表明提取液稳定性良好。

3.4 提取方法的选择: 实验确定先用石油醚(60 ~ 90) 提取脂溶性杂质, 再用氯仿提取。

敬告读者

《中草药》杂志编辑部尚存部分过刊合订本, 包括: 1974 ~ 1976 年, 1978 年, 1979 年, 1985 年, 1986 年, 1988 ~ 1990 年, 1992 ~ 1994 年(80 元/年); 1995 ~ 1997 年(110 元/年); 1998 年(120 元); 1999 年(135 元); 1996 年增刊(50 元); 1997 年增刊(45 元); 1998 年增刊(55 元); 1999 年增刊(70 元); 2000 年增刊(70 元)。欢迎来函来电订购, 电话: (022) 27474913; 23006821(传真)