

- [3] 元英进,胡国武,那平,等. 提高红豆杉细胞中紫杉醇含量与释放的方法[P]. 专利号: 1158356
- [4] Hrasuna J, Pestchanker J, Srinivasan V, *et al.*. Taxol production in suspension cultures of *Taxus baccata*[J]. *Plant Cell Tissue and Organ Culture*, 1996, 44: 95-102
- [5] Moon W J, Yoo B S, Kim D, *et al.* Elicitation kinetics of taxane production in suspension cultures of *Taxus baccata* Pendula[J]. *Biotechnology Techniques*, 1998, 12(1): 79-81.
- [6] 未作君,苗志奇,元英进. 渗透势及营养物浓度对南方红豆杉细胞生长和紫杉醇合成的影响[J]. 无锡轻工业大学学报, 1999, 18(5): 31-34.
- [7] 元英进,胡国武,王传贵,等. 镧,铈对红豆杉细胞生长及紫杉醇合成与释放的影响[J]. 中国稀土学报, 1998, 16(1): 56-60.

天赐胶囊中多糖的含量测定

毛丽珍,徐世芳,唐红芳*

(浙江省医学科学院,浙江 杭州 310013)

摘要: 目的 建立天赐胶囊的含量测定方法。方法 采用苯酚硫酸法,以葡萄糖作为标准品,分光光度法于 490 nm 波长处测定吸光度。结果 多糖的线性范围为 10~ 80 μg/mL,相关系数 $r=0.9997$,平均加样回收率为 98.67% ($n=5$), $RSD=2.58\%$,样品中多糖含量为 267.7~ 300.6 毫克/粒。结论 该法简便,准确,可用于本品的质量控制。

关键词: 天赐胶囊;多糖;鲜河蚌肉汁水

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)03-0215-02

Determination of polysaccharide in TIANCI CAPSULE

MAO Li-zhen, XU Shi-fang, Tang Hong-fang

(Zhejiang Academy of Medical Sciences, Hangzhou Zhejiang 310013, China)

Abstract Object To develop a method for the determination of polysaccharide in TIANCI CAPSULE, which is a new drug dosage form containing the bouillon of fresh water mussels with immunopotentiating activity. **Methods** Total polysaccharide was determined by phenol-sulfuric acid method with glucose as the standard, and spectrophotometer assay absorbency at 490 nm. **Results** The linear range of polysaccharide was 10~ 80 μg/mL, $r=0.9997$. The average recovery rate was 98.67% ($n=5$), $RSD=2.58\%$. Through sample assay, the content of polysaccharide was 267.7~ 300.6 mg in each TIANCI CAPSULE. **Conclusion** The method is simple, rapid and reliable, and may be used for the quality control of this preparation.

Key words TIANCI CAPSULE; polysaccharide; fresh water mussel bouillon

天赐胶囊是由鲜河蚌肉汁水经现代工艺制成的胶囊剂。在《本草纲目拾遗》中记载“河蚌水乃真阴天一之精,入药最广”。药效学研究表明,本品有镇痛、增强免疫功能和具有抗疲劳及抗应激功能。临床上有滋阴清热、消肿止痛的作用。适用于阴虚内热、咽燥口干,特别是肿瘤患者术后、放化疗后,对增强体质,提高机体免疫功能更为合适。理化研究证明,本品主要成分为蚌肉多糖,而蚌肉多糖的含量测定方法未见报道。本文采用苯酚硫酸法^[1-4]测定其含量,方法简便,结果满意。现报道如下。

1 仪器与试药

UV-210 紫外-可见分光光度计(日本岛津), CQ250 超声波清洗器(上海超声波仪器厂),葡萄糖

对照品和浓硫酸(均为分析纯),苯酚试剂(取苯酚 100 g,加铝片 0.1 g 和碳酸氢钠 0.05 g,蒸馏,收集 182℃ 馏分)。天赐胶囊由浙江湖州龙海生化有限公司提供

2 方法与结果

2.1 对照品和供试品溶液的制备

2.1.1 对照品溶液:精密称取 105℃ 干燥至恒重的葡萄糖 100 mg,置于 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2 mL 置 50 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得 0.04 mg/mL 对照品溶液

2.1.2 供试品溶液:取本品内容物 0.1 g,精密称定,加水 1 mL,超声处理 5 min 使溶解,加入无水乙醇 3 mL,放置 10 min,离心弃去上清液,沉淀加水溶

解,并转移到 100 mL量瓶中,加水至刻度,摇匀。精密量取 2 mL置 50 mL量瓶中,加水至刻度,摇匀,作为供试品溶液

2.2 标准曲线的绘制:精密量取葡萄糖对照品溶液 0.25, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mL,另取水 2.0 mL作为空白对照,分别置于 10 mL具塞试管中,各加水至 2.0 mL,加入新配制的 5% 苯酚溶液 1.0 mL,置冷水中迅速滴加硫酸 5.0 mL,并于冷水中放置 5 min,摇匀。置沸水浴中加热 15 min,再置冷水中 5 min,取出,按分光光度法于 490 nm波长处测定吸光度,以葡萄糖用量(浓度)为横座标,吸光度为纵座标,绘制标准曲线。葡萄糖在 $10 \sim 80 \mu\text{g/mL}$ 范围内线性良好。回归方程 $C = 136.18A + 0.368$, $r = 0.9997$

2.3 稳定性试验:取供试品溶液适量,按标准曲线项下方法,自“加水至 2.0 mL”起,同法操作。并间隔一定时间测定一次吸光度,结果表明,供试品溶液在显色后 5 h内吸光度基本稳定, $A = 0.317$, $RSD = 0.58\%$ ($n = 6$)

2.4 重现性试验:取同一批号的本品内容物 6份,每份 0.1 g,精密称定,然后按供试品溶液的制备和标准曲线项下方法测定多糖含量,均值为 275.7毫克/粒, $RSD = 2.39\%$ ($n = 6$)

2.5 回收率试验:取已知多糖含量的本品内容物 0.5 g,精密称定,加水 0.5 mL,超声 5 min使溶解,加无水乙醇 1.5 mL,放置 10 min,离心,弃去上清液,沉淀加水溶解,并移至 100 mL量瓶中,共 5份。每份加入无水葡萄糖对照品 30 mg,加水至刻度,摇匀。精密量取 2.0 mL,按上述方法测定,平均回收率为 98.67%, $RSD = 2.58\%$ ($n = 5$)

2.6 样品测定:精密量取供试品溶液 2.0 mL,对照品溶液 1.0 mL,另取水 2.0 mL作空白对照,分别置 10 mL具塞试管中,加水至 2.0 mL,然后按标准曲线项下测定,结果见表 1

表 1 样品测定结果 ($n = 3$)

| 批号 | 多糖含量(毫克/粒) | RSD(%) |
|--------|------------|--------|
| 950901 | 276.1 | 2.32 |
| 950902 | 267.7 | 2.15 |
| 950903 | 288.3 | 2.83 |
| 951201 | 281.5 | 2.25 |
| 951202 | 300.6 | 1.98 |
| 951203 | 295.4 | 2.63 |

3 讨论

3.1 经试验,本品内容物水解后产生氨基葡萄糖(薄层色谱图),氨基葡萄糖是动物多糖的组成部分,一般植物多糖不含该组分。

3.2 本品含有较多的多糖物质,但也有少量的还原糖(单糖)。由于还原糖对多糖的测定有干扰,因此需将其分离后才能测定多糖含量。纯化方法采用水溶醇沉法,即样品先用少量水溶解,然后用乙醇沉淀多糖。乙醇浓度比较了 95%乙醇和无水乙醇,结果以无水乙醇分离效果较好。水的用量以能溶解样品的最小量为宜,否则结果偏低。经试验,选用样品量的 10倍水溶解样品。醇的用量比较了样品量的 10, 20, 30, 40倍,结果以样品量的 30倍为宜。

3.3 滴加硫酸时,由于放热反应剧烈,置冷水中比空气中冷却效果好,测得的结果稳定,重现性好。

3.4 在多糖的测定中,由于得到相应多糖标准品较困难,因此本实验采用葡萄糖作为对照品,测得结果是以多糖的水解产物单糖来表示多糖的含量。

3.5 实验结果表明,本法的回收率高,重现性好,方法简便,数据稳定,可用于本品的质量控制

参考文献:

- [1] 李树珍,官仕杰.猪苓多糖胶囊质量研究[J].中草药,1992,23(5):237-238.
- [2] 屠鹏飞,徐国钧,徐珞珊,等.沙参类的研究,III.多糖的含量测定[J].中草药,1992,23(7):355-356.
- [3] 李好枝,吕永俊,白钢,等.松果有效成分的研究,III.油松果多糖的含量测定[J].中草药,1994,25(4):185-186.
- [4] 李满飞,徐国钧,平田义正,等.中药石斛类多糖的含量测定[J].中草药,1990,21(10):10-12.

美国 ALPHA 实验室认可

美国际合作中国企业

葡萄籽提取物

(原花青素 $\geq 95\%$)

专业生产厂家

电话:0086-22-27451423, 27451796

传真:0086-22-27454676



网址: <http://www.jf-natural.com.cn>

Tianjin Jianfeng Natural Product R & D Co., Ltd

天津尖峰天然产物公司