

表 1 灵芝不同部位中灵芝酸 B 的含量 (n= 3)

样品	灵芝酸 B (mg/g)	RSD (%)
菌盖表皮层	0.56	2.01
木栓层	0.19	1.78
菌柄	0.29	1.22
菌盖子实体全部	0.53	1.82
孢子粉	0.087	1.27
赤芝发酵菌丝体	未测出	
紫芝菌盖	极微量	

3.1 由于野生灵芝来源有限,现进行人工培养及发酵培养。我们在进行椴木培养灵芝的同时,对其有效成分进行了研究,提取分离和鉴定了灵芝中具有苦味的成分之一的灵芝酸 B,本研究以其为指标,测定了灵芝中灵芝酸 B 主要分布在灵芝子实体的表皮,其含量顺序如下:菌盖表皮层>菌盖子实体>菌柄>木栓层>孢子粉。同时,我们还检测了赤芝发酵菌丝体和紫芝,赤芝发酵菌丝体中未测出灵芝酸 B,紫芝中含有极其微量的灵芝酸 B,因此该成分同时可做区别赤芝及其发酵菌丝体的指标之一。

3.2 在进行灵芝(赤芝)的保管和贮藏过程中,我们发现灵芝由于含有丰富的营养成分,较易生虫,并且虫蛀的部分多发生在木栓层部位,而灵芝子实体的表皮一般不易发生虫蛀,是否由于表皮部位含有较多苦味成分,尚待进一步研究。

参考文献:

- [1] 吴光亮. 灵芝及其他真菌彩色图志 [M]. 贵州: 贵州科技出版社, 1997.
- [2] 严永清. 中药辞海 (第二卷) [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1997.
- [3] Kobota T, Asaka Y, Miura I, et al. Structures of ganoderic acids A and B, two new lanostane type bitter triterpenes from *Ganoderma lucidum* (Fr.) Karst [J]. *Helvetica Chimica Acta*, 1982, 65(2): 611-619.
- [4] Kiyotata K, Tooru I, Michiko A, et al. Antinociceptive components of *Ganoderma lucidum* [J]. *Planta Medica*, 1997, 63: 224-227.
- [5] Kiroshi K, Wakako T, Kiyoe S, et al. The Biologically active constituents of *Ganoderma lucidum* (Fr.) Karst, histamine release-inhibitory triterpenes [J]. *Chem Pharm Bull*, 1985, 33: 1367-1374.
- [6] 徐鸿华, 丁平, 贺红等. 灵芝优良菌株的引进与开发 [J]. *中药材*, 1998, 21(8): 383-385.

薄层色谱-分光光度法测定黄芪粉针剂中黄芪甲苷的含量

杨春欣, 孙丽霞*, 许根英

(复旦大学医学院附属中山医院, 上海 200032)

摘要: 目的 建立黄芪粉针剂的质量控制方法。方法 采用薄层色谱-分光光度法对黄芪粉针剂中的主要成分黄芪甲苷进行含量测定, 展开剂为氯仿-甲醇-水 (65: 30: 10), 测定波长为 418 nm。结果 回归方程 $A = 1.538C + 0.189$, $r = 0.9998$, 在 80~240 μg 点样量范围内, 吸光度与点样量呈良好的线性关系, 平均回收率为 98.68%, $RSD = 2.52\%$ ($n = 5$)。结论 本方法使用简单仪器测定, 结果可靠, 专属性强, 可作为黄芪粉针剂的质量控制标准。

关键词: 黄芪粉针剂; 薄层色谱-分光光度法; 黄芪甲苷

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)04-0312-03

Determination of content of astragaloside A in *Astragalus membranaceus* powder for injection by TLC-spectrophotometry

YANG Chun-xin, SUN Li-xia, XU Gen-ying

(Affiliated Zhongshan Hospital, Medical College of Fudan University, Shanghai 200032, China)

Abstract Object To develop a method for the quality control of *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. powder for injection (AMPI). **Methods** TLC-spectrophotometry was used to determine the content of astragaloside A in AMPI. The mobile phase was chloroform-methanol-water (65: 30: 10) and detected at the wave length of 418 nm. **Results** The regression equation within the spotted range of 80~240 μg was $A = 1.538C + 0.189$, with good linearity, $r = 0.9998$. The average recovery rate was 98.68% and $RSD = 2.52\%$ ($n = 5$). **Conclusion** The method used simple and easily available instruments and the results obtained were reliable and specific, suitable for the quality control of AMPI.

* 收稿日期: 2000-06-12

作者简介: 杨春欣 (1951-), 男, 上海市人, 副主任药师。主要从事中药和天然药物有效成分的提取分离, 中药新剂型及其质量分析的研究。1991年公派到日本津村生物化学研究所研修, 现为国家自然科学基金项目 (3987916) 负责人, 在国内外期刊和学术会议上发表论文 30 余篇。Tel (021) 64041990 转 2135 E-mail: cx yang @ citiz.net

* 复旦大学医学院 94 级药学专业本科实习生

Key words *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. powder for injection (AMPD); TLC-spectrophotometry; astragaloside A

黄芪注射液在临床上已广泛用于治疗冠心病、病毒性心肌炎、慢性肾炎、肾功能衰竭、病毒性肝炎等疾病。用水醇法制备的黄芪注射液中含有皂苷、黄酮及氨基酸等成分,放置时间较长有时会出现细小沉淀,影响制剂的澄明度。我院研制成粉针剂后可克服这种缺点。而黄芪粉针剂仅添加了骨架剂,经冷冻干燥制得。本文参照中国药典及文献^[2-4],采用薄层色谱-分光光度法建立了黄芪粉针剂的含量测定方法。该方法灵敏、稳定。

1 仪器与试剂

735BI微型可见-紫外分光光度计,旋转薄膜蒸发器,10 μ L微量进样器

硅胶 G薄层板(青岛海洋化工厂);黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所);氯仿-甲醇均为分析纯,水为二次蒸馏水。

黄芪粉针剂每支相当于生药 4 g, (批号: 980428, 980514),由本院药学研究室自制

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 供试品溶液的制备:取黄芪粉针剂 1支,精密加注射用水 4 mL溶解,置分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取 3次(20, 10, 10 mL),合并正丁醇提取液,40%氨水洗涤 2次(20, 20 mL),再用水 20 mL洗 1次,弃去水层,取正丁醇溶液减压浓缩至干,残存物用甲醇溶解并定容至 0.5 mL,摇匀即得。

2.1.2 对照品溶液的制备:精密称取经减压干燥至恒重的黄芪甲苷 20 mg,置 10 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,得 2 mg/mL的溶液。

2.2 色谱及仪器条件:色谱条件按药典法^[1],采用硅胶 G薄层板,以氯仿-甲醇(65:30:10, 10 $^{\circ}$ C静置过夜取下层溶液)溶液为展开剂,色谱效果理想,黄芪甲苷 R_f值为 0.57

2.3 测定波长的选择:对薄层色谱上的黄芪甲苷对照斑点和供试品中相应斑点,喷 10%硫酸乙醇液于 105 $^{\circ}$ C加热 5 min显色,刮取紫色黄芪甲苷斑点,加甲醇 10 mL于旋涡振荡器上提取 5 min,过滤,用甲醇 2 mL洗 1次,合并甲醇洗脱液,蒸除甲醇至干,加浓硫酸 5 mL置 85 $^{\circ}$ C水浴加热 20 min,立即冷却,以浓硫酸为空白对照,在 350~700 nm范围内扫描测定吸光谱,结果二者均在 418 nm有最大吸收,因此以此波长作为测定波长。

2.4 线性关系考察:精密吸取黄芪甲苷对照品溶液 40, 60, 80, 100, 120 μ L,分别条状点于同一块高效薄层板上,按上述条件展开,显色,测定。得回归方程 $A = 1.538 G + 0.189$, $r = 0.9998$,表明黄芪甲苷在 80~240 μ g点样量范围内,吸光度与点样量呈良好的线性关系。

2.5 稳定性试验:精密吸取对照品溶液 100 μ L,条状点样于高效薄层板上,按上述方法展开,洗脱,显色,测定吸光度,并在室温下放置,每隔 30 min测定 1次,结果 RSD=0.43%,样品在 2.5 h内稳定。

2.6 精密度考察:精密吸取对照品溶液 40 μ L,共 5份,分别点于同一硅胶 G高效薄层板上,按上述方法展开,洗脱,显色,测定吸光度,结果 RSD为 0.75% ($n=5$)。

2.7 加样回收率试验:精密吸取已知黄芪甲苷含量的供试品 6份,加 4 mL注射用水溶解,分别精密加入 0.73 mg黄芪甲苷对照品,制得混合液,按含量测定方法操作,计算回收率,结果平均回收率为 98.68%, RSD=2.52%。

2.8 黄芪粉针剂的含量测定:取黄芪粉针剂 1支,精密加注射用水 4 mL溶解,置分液漏斗中,用水饱和的正丁醇萃取 3次(20, 10, 10 mL),合并萃取液,40%氨水洗涤 2次(20, 20 mL),再用水 20 mL洗 1次,弃去水层,取正丁醇溶液减压浓缩至干,残存物用甲醇溶解并定容至 0.5 mL,精密吸取 40 μ L,按 2.3项下操作,测定吸光度。根据回归方程计算含量。测定 2批供试品的含量,结果见表 1。

表 1 黄芪粉针剂中黄芪甲苷含量测定结果(毫克/皮)

批号	1	2	3	平均含量	RSD(%)
980428	1.663	1.625	1.569	1.619	2.92
980514	1.600	1.556	1.563	1.573	2.85

3 讨论

黄芪粉针剂含有骨架成型剂,应用本方法可有效地除去骨架成型剂及其它成分对测定的干扰,保证黄芪粉针剂中黄芪甲苷含量测定的准确性。

经实验,选用氯仿-甲醇-水(65:30:10)为展开剂,对黄芪甲苷等成分分离最清楚, R_f为 0.57,斑点圆整,无拖尾现象。

采用薄层色谱-分光光度法测定黄芪粉针剂中黄芪甲苷的含量,可以得到满意结果。

参考文献:

[1] 中国药典[S]. 1995年版(一部).

- [2] 曹正中,俞家华,陈萍. 黄芪注射液中黄芪甲苷的薄层光度测定 [J]. 药物分析杂志, 1998, 8(3): 176-177.
- [3] 丁晨光,赖建忠,陈雨安,等. TLC浓硫酸比色法测定黄芪及其制剂中黄芪甲苷的含量 [J]. 药物情报通讯, 1994, 12(1): 52-53.
- [4] 刘俭健,汪卫华,范晓峰. 黄芪注射剂中黄芪总皂苷的含量测定 [J]. 上海医药, 1997, 18(7): 34-34.

莪术油 β -环糊精包合物的制备工艺及稳定性的考察

王丽君,张伟*,卿可光**,姚崇舜,陈济民
(沈阳药科大学,辽宁 沈阳 110015)

摘要:目的 考察莪术油 β -环糊精包合物的制备工艺及稳定性.方法 制备工艺采用饱和水溶液法,稳定性实验采用光照、加温加速实验法.结果 搅拌时间增加可提高莪术油 β -环糊精包合物的收率;加速实验结果表明,包合物胶囊在40℃、相对湿度75%条件下存放3个月,其相对含量仍在90%以上.结论 莪术油 β -环糊精包合物胶囊剂的稳定性较莪术油有所提高.

关键词: 莪术油;莪术油 β -环糊精包合物;稳定性

中图分类号: TQ461, R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)04-0314-03

Investigation of processing technology and stability of zedoary turmeric oil- β -cyclo dextrin inclusion compound

WANG Li-jun, ZHANG Wei, QING Ke-guang, YAO Cong-shun, CHEN Ji-min

(Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang Liaoning 110015, China)

Key words zedoary turmeric oil; zedoary turmeric oil- β -CD inclusion; stability

莪术油是由姜科植物郁金香的根茎经水蒸气蒸馏而得的挥发油,呈浅黄或棕黄色,具有很强的挥发性.莪术油的药理实验研究表明,莪术油具有抗肿瘤、抗菌、消炎、增强免疫功能和抑制血栓形成的作用^[1-3].多种莪术油制剂现已成功地应用于临床.

莪术油具有不溶于水,生物利用度差,味苦、不易于口服的缺点,这就限制了莪术油的应用.故本研究运用了 β -环糊精(β -CD)制备莪术油 β -CD包合物,来矫臭矫味,防止莪术油挥发,增强莪术油的稳定性,增大其水溶性,提高其生物利用度,并进行了稳定性实验,考察包合物胶囊剂的稳定性.

1 实验材料

β -CD 纯度 95% 以上,江苏苏州味精厂;莪术油:浙江温州;DF-101B集热式恒温磁力搅拌器:浙江乐清县乐成电器厂;DS-1高速组织捣碎机:上海标本模型厂;挥发油测定仪:沈阳药科大学玻璃细室制作.

2 方法与结果

2.1 莪术油 β -CD包合物制备工艺考察:采用饱和水溶液法^[4,5],称取一定量的 β -CD,以27.5 mL/g比例加水,加热溶解,冷至室温.加入莪术油,用磁力搅拌器或组织捣碎机搅拌,取出放入冰箱中冷却1 d,离心,滤渣在常温下干燥2 d,即得莪术油 β -CD包合物.由表1可见,适当延长搅拌时间可增加包合

表1 莪术油包合物的制备工艺考察结果

	β -CD (g)	莪术油 (mL)	搅拌时间 (min)	包合物产量 (g)	包合物收率 (%)	含油率 (%)	油利用率 (%)
1	4.0	1	搅 30	4.0	80.7	9.41	39.4
2	4.0	1	搅 30	3.9	78.7	9.23	37.7
3	4.0	1	搅 60	4.2	84.7	9.29	40.8
4	4.0	1	搅 60	4.4	88.8	11.49	52.9
5	8.0	2	组 5	8.8	88.8	9.84	45.3
6	8.0	2	组 5	8.7	9.47	41.6	

收稿日期: 2000-07-31

作者简介: 王丽君 (1971-),女,湖南邵阳人,学士学位,现在沈阳药科大学攻读硕士学位,主要研究药物剂型及药物动力学.联系电话: (024) 23843711-3263

* 沈阳药科大学集琦制药有限公司 ** 本校 96级学生