

查  $F$  值表,  $F_{0.05(2,2)} = 19$   $F_{0.01(2,2)} = 99$

※由于黄芩苷测定没空白列,又没有进行重复试验,故只能取方差最小的 B 列作为误差 E,从而求得  $F$  值。

温度控制在  $90^{\circ}\text{C}$  左右,按此条件操作,提取效率最高,提取工艺最为合理。

3.2 每次试验中其它因素如药材粉碎度、浸泡时间、计时方法及其它操作均统一,以减少操作误差。

3.3 不能回流提取的药材如冰片、樟脑,根据它们的性质恰好均能溶解于 80% 乙醇中,故将它们直接溶解在回流提取的溶液中。

参考文献:

- [1] 齐彦敏. 用正交实验法优选清肺止泻冲剂的制备工艺 [J]. 中国中药杂志, 1995, 20(11): 675.
- [2] 贺石林. 中医科研设计与统计方法 [M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1989.

## 安多霖质量标准的研究(I)

林 绥<sup>1</sup>, 邓思珊<sup>1</sup>, 刘 韧<sup>2\*</sup>

(1. 福建省医学科学研究所, 福建 福州 350001; 2. 福建省卫生学校, 福建 福州 350001)

**摘要:** 目的 研究安多霖胶囊的质量标准及制剂的质量控制。方法 采用薄层色谱法对安多霖胶囊中的黄芪甲苷进行含量测定。结果 线性范围  $1 \sim 5 \mu\text{g}$ , 平均回收率 97.82%,  $RSD$  为 3.56%。结论 该法简单, 重现性好, 可作为安多霖质量控制标准。

**关键词:** 安多霖胶囊; 黄芪甲苷; 薄层扫描

中图分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)06-0506-02

## Studies on quality standard of ADUOLA FUZHENGLIN CAPSULE(I)

LIN Sui<sup>1</sup>, DENG Si-shan<sup>1</sup>, LIU Ren<sup>2</sup>

(1. Fujian Institute of Medical Science, Fuzhou Fujian 350001, China; 2. Fujian Health School, Fuzhou Fujian 350001, China)

**Abstract** **Object** To specify a standard for the quality control of ADUOLA FUZHENGLIN CAPSULE. **Methods** The content of astragaloside IV in ADUOLA FUZHENGLIN CAPSULE was determined by TLCs. **Results** The method showed linearity within the range of  $1 \mu\text{g}$  to  $5 \mu\text{g}$ , the average recovery rate was 97.82%, and  $RSD$  was 3.56%. **Conclusion** This method is simple and highly reproducible, and may be used for the quality control of the CAPSULE.

**Key words** ADUOLA FUZHENGLIN CAPSULE; astragaloside IV; TLCs

\* ADUOLA FUZHENGLIN CAPSULES is a preparation of Chinese medicine used to enhance human immunological function.

安多霖胶囊 (ADUOLA FUZHENGLIN CAPSULES) 是由黄芪、鸡血藤等药用植物配方组成的一种纯中药口服制剂, 具有提高机体免疫功能、提高机体的抗应激能力, 与现有的抗肿瘤药物及放化疗药物合用能提高治疗效果, 减轻放化疗的毒副作用, 升高白细胞<sup>[1,2]</sup>。该药中的君药黄芪, 其中所含黄芪甲苷类具有抗炎与降压作用, 并可升高家兔血浆中 cAMP 量与促进小鼠再生 DNA 的合成, 提高机体的免疫功能。黄芪甲苷的含量测定方法有比色法<sup>[3]</sup>、薄层扫描法<sup>[4]</sup>, 我们采用氢氧化钾甲醇溶液及索氏提取的方法, 其中氢氧化钾不但可以使大部分杂质皂化而溶于水, 而且可使部分带有乙酰基的黄

芪甲苷类成分脱乙酰化反应, 可能转化为黄芪甲苷, 再经氯仿-正丁醇 (2:1) 萃取, 萃取液再用 1% 磷酸二氢钾溶液洗涤, 洗去碱性成分, 既可以达到纯化的目的, 又可提高黄芪甲苷检测的灵敏度。

### 1 实验仪器与材料:

1.1 仪器与试剂: 薄层扫描仪: 岛津 CS-930; 微量定量点样管 ( $1 \sim 5 \mu\text{L}$ , Drummond), 硅胶 G 板 (青岛海洋化工厂), 黄芪甲苷 (astragaloside IV) 对照品由中国药品生物制品检定所提供。试剂均为分析纯。

1.2 材料: 安多霖胶囊, 由福州天地高技术新技术研究开发部提供。

### 2 实验方法与结果

\* 收稿日期: 2000-10-26

作者简介: 林 绥, 女, 40 岁, 副研究员, 从事天然产物化学的研究。Tel: 013605948318 E-mail: sjs\_12345@21cn.com

- 2.1 测试条件:  $\lambda_s = 520 \text{ nm}$ ,  $\lambda_R = 700 \text{ nm}$ , 狭缝  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ ,  $S_x = 3$ , 反射法锯齿扫描。
- 2.2 标准溶液的配制: 精密称取黄芪甲苷对照品  $5 \text{ mg}$ , 甲醇定容至  $5 \text{ mL}$ , 作为对照品溶液。
- 2.3 波长的筛选: 薄层扫描全程从  $370 \sim 700 \text{ nm}$ , 黄芪甲苷的最大吸收波长在  $510 \sim 520 \text{ nm}$  处, 因此取  $\lambda_s = 520 \text{ nm}$ ,  $\lambda_R = 700 \text{ nm}$  作为测定波长。
- 2.4 展开剂与显色剂: 氯仿-甲醇-水 ( $65:35:10$ ) 下层;  $10\%$  硫酸乙醇液, 喷后于  $110^\circ\text{C}$  烘烤至显色。
- 2.5 标准曲线的绘制: 分别吸取对照品溶液  $1, 2, 3, 4, 5 \mu\text{L}$  点样, 依照上述条件展开, 显色, 测定, 以对照品量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程为:  $Y = 7786.15X - 223.80$ ,  $r = 0.9990$  结果表明黄芪甲苷在  $1 \sim 5 \mu\text{g}$  范围内呈良好的线性关系。
- 2.6 精密度测定: 精密吸取对照品液  $2 \mu\text{L}$  点 6 点于同一硅胶 G 板上, 同样做 5 个板, 测定其积分值, 并计算同板  $RSD$  为  $3.50\%$ , 异板  $RSD = 3.56\%$ 。
- 2.7 稳定性试验: 取对照品溶液  $3 \mu\text{L}$ , 点于薄层板上, 显色, 每  $30 \text{ min}$  连续扫描 2 次,  $3 \text{ h}$  内测定的  $RSD$  为  $3.64\%$ , 表明薄层显色后,  $3 \text{ h}$  内测定结果较稳定。
- 2.8 加样回收率试验: 分别吸取不同量的样品液和对照液点样于同一薄层板上, 按标准曲线项下的条件展开, 扫描测定, 计划回收率为  $97.82\%$  ( $n = 5$ )。
- 2.9 样品的含量测定: 取本品内容物  $2.0 \text{ g}$  精密称定, 置索氏提取器中, 加适量  $2.0\%$  氢氧化钾甲醇溶液, 回流至无色, 提取液移入  $100 \text{ mL}$  烧杯中, 瓶底残渣用少量甲醇洗涤, 并入提取液中, 置水浴蒸干,

残渣加水  $20 \text{ mL}$  使溶解, 移置分液漏斗中, 用少量水洗涤烧杯, 并入分液漏斗中, 用氯仿-正丁醇 ( $2:1$ ) 混合液提取 5 次 ( $30, 30, 20, 20, 20 \text{ mL}$ ), 合并提取液, 用  $1\%$  磷酸二氢钾溶液  $50 \text{ mL}$  洗涤, 弃去水层, 提取液蒸干, 残渣加甲醇溶解, 移至  $5 \text{ mL}$  容量瓶中, 稀释至刻度, 作为供试品溶液。精密吸取供试品溶液  $6 \mu\text{L}$ , 对照品溶液  $3, 6 \mu\text{L}$ , 分别点于用一硅胶 G 板上 ( $20 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}$ ) 上, 展开, 取出, 晾干, 显色, 覆盖同样大小的玻璃板, 照薄层色谱法进行扫描, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果

| 批号     | 含量 (毫克/粒) ( $n = 3$ ) | $RSD\%$ |
|--------|-----------------------|---------|
| 980718 | 0.42                  | 3.30    |
| 980721 | 0.39                  | 3.50    |
| 980727 | 0.41                  | 3.20    |
| 980801 | 0.38                  | 2.80    |
| 980808 | 0.43                  | 3.18    |
| 980813 | 0.38                  | 2.40    |

## 5 讨论

黄芪甲苷为君药黄芪中的活性成分, 因此测定黄芪甲苷可有效地控制本制剂的质量。本文采用薄层色谱测定安多霖胶囊中的黄芪甲苷是成功的。

薄层板显色后, 上面覆盖一玻璃板, 并用胶布胶好四周固定,  $3 \text{ h}$  内测定峰面积基本不变, 之后颜色渐褪, 因此最好在显色之后立即测定。

参考文献:

- [1] 刘 韧, 谢振家. 扶正霖的抗肿瘤作用及其毒性研究 [J]. 海峡药学, 1996, 8(2): 13-16.
- [2] 刘 韧, 谢振家. 阿多拉扶正霖对抗癌药的一些毒副反应的减毒作用研究 [J]. 海峡药学, 1997, 9(1): 28-30.
- [3] 任日君. 中成药成分分析 [M]. 青岛: 青岛出版社, 1989.
- [4] 李连达, 何夏秋. 高效薄层扫描测定中风脑脉通口服液黄芪甲苷的含量 [J]. 中国中药杂志, 1991, 16(2): 90-92.

## 九江专修学院本科、专科及中专招生

本院是国家教育部备案的高等教育学历文凭考试院校, 常年面向社会招收应往届初、高中毕业生及在职人员, 年龄、地区不限。层次分本科、大专、中专及初中起点的大专预科班。学习形式分两种, 业余函授和全日制住校脱产学习。

1. 学院开设医院、理工、文科等 30 多个专业, 专业设置: 临床医学、中西医结合、中医、针灸、口腔、药学、护理、医影像、医检验、计算机应用及管理、经管、法律、英语、公关文秘、市场营销、会计、旅游、装潢设计、工民建、服装、电子、国贸、金融、行管、机电、广告、小学教育、中文、教育管理、幼师、工商管理、新闻等。

2. 教学、发证及学费: ①函授生在职自学, 考试成绩合格, 发给省教委验印, 国家承认学历的本科、大专、中专毕业证书②另类函授生在职自学, 考核合格学院发加盖钢印的本科、大专学业毕业证书, 可申请提前毕业, 学院建立学籍档案, 可向有关人事部门寄发。本科学费 800 元, 专科 700 元, 免试入学随报随读③全日制住校生免试入学, 考试成绩合格发国家承认学历的本科、专科、中专毕业证, 并推荐安置就业, 可签订就业保障协议及办理农转非户口。秋季班 9 月上旬开学, 春季班 3 月上旬开学, 可随时接收插班生, 每年学费 3 000 元。

3. 报名方法及地址: 邮汇报名费 6 元, 即寄报名登记表、详细招生简章。汇款时请用正楷写明详细地址、邮编, 并在汇单上写明学习专业, 不必另外再来信。

汇款及来函请寄: 江西九江市老马渡 88 号付 A 48 号九江学院招办孙武平老师收 邮编: 332000 咨询电话: 0792-8130039 手机: 013507066206 传真: 0792-8130269 此广告长年有效, 欢迎来校参观考察。

另: 本院欲在全国各地设招生代办点, 待遇优, 也接洽有关人员及单位搞联合办学, 有意者来函来电洽谈。

广告审批文号: 赣教社广字 [2001] 第 023 号 许可证号: 赣教社证字 (98) 036 号