

胺 (13: 87: 0.2, 磷酸调 pH 至 3.3), 流速: 0.8 mL/min, 柱温: 室温, 检测波长: 243 nm

2.2 线性关系: 精密称取芍药苷对照品适量, 用 50% 甲醇配制成 126 μ g/mL 芍药苷对照品溶液。分别精密吸取 2.5, 5.0, 7.5, 10.0 和 12.5 μ L 对照品溶液注入色谱仪。以峰面积积分值对进样量进行回归, 得回归方程: $Y = 1.6766X - 0.1264$, $r = 0.99992$ 。结果表明: 进样量在 0.315~1.575 μ g 范围内线性关系良好。

2.3 精密度与稳定性试验: 对照品溶液 (126 μ g/mL) 5 μ L 和供试品溶液 10 μ L 连续 5 次进样, RSD 分别为 1.05% 和 0.87%。在同一天内不同时间测定对照品和供试品溶液的浓度与含量, 结果表明对照品和供试品溶液在室温条件下放置 24 h, 芍药苷的浓度没有明显改变。在实验中也曾发现对照品溶液在冰箱中保存一个月, 其浓度基本不变。

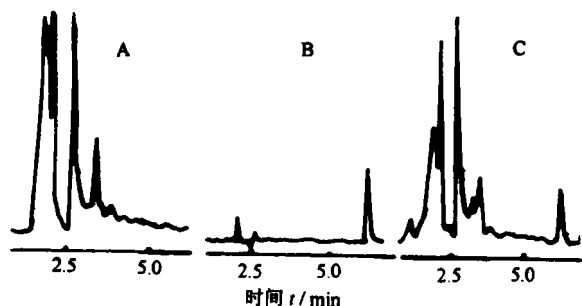


图 1 阴性液 (A)、对照品 (B) 及供试品 (C) 色谱图

2.4 专属性实验: 按上述方法实验, 缺赤芍阴性空白、对照品、供试品色谱图对比, 如图 1, 表明在芍

药苷峰处基本无干扰, 故本法具备实验的专属性。

2.5 回收率试验: 取供试品 (批号: 20001201) 1 g, 精密称定, 加芍药苷对照品适量, 按上述色谱条件测定, 平均加样回收率为 99.2%, RSD 为 1.7% ($n = 6$)。

2.6 样品的测定: 按上述色谱条件, 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L, 分别注入液相色谱仪测定, 测定 3 批样品, 按外标法进行测量, 芍药苷含量及 RSD 分别为: 1.07%, 0.93% (20001201); 1.23%, 0.81% (20001202); 2.19%, 0.69% (20001203)。

3 讨论

3.1 由于处方组合相当复杂, 未找到合适的内标物, 芍药苷含量测定按外标法进行计算。

3.2 其他实验条件不变, 将乙腈-0.1% 磷酸溶液 (15: 85) 和甲醇-水-异丙醇 (34: 66: 0.5) 两流动相与本色谱条件进行比较, 结果, 本色谱条件的重现性好, 芍药苷峰对称性更好。采用不同品牌的色谱柱, 效果相同。

3.3 由于供试品为水提浸膏剂制成的颗粒剂, 考虑到芍药苷的溶解行为, 用同一批供试品 (批号: 20001202) 分别对提取溶剂和提取时间进行考察, 芍药苷含量测定的最佳提取条件为: 以 70% 甲醇作为提取试剂, 超声处理 10~30 min。本文采用 10 min 参考文献:

[1] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.

[2] 中国药典 [S]. 2000 年版. 一部.

蒽酮-硫酸法测定亮菌糖浆中多糖的含量

李绍平¹, 黄赵刚¹, 张平¹, 屈成明^{2*}

(1. 安徽医科大学第一附属医院 药剂科, 安徽 合肥 230022; 2. 安徽杰明生物制药有限公司, 安徽 淮南 232007)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0233-02

亮菌糖浆为白磨科密环菌属假密环菌 *Amitriella tabescens* (Scop. ex. fr) Sing 经固体发酵, 提取浓缩后制成的口服制剂, 主要用于急、慢性肝炎及胆道疾病的治疗^[1,2]。多糖为其主要活性成分之一, 具有保肝^[3,4]、防辐射^[5]和抗肿瘤^[6]等作用。为了控制亮菌糖浆的质量, 本实验采用蒽酮-硫酸比色法

对其多糖含量进行了测定。

1 仪器与药品

岛津 UV-2501 紫外分光光度计, 试剂均为 AR 级, 葡聚糖 (相对分子质量为 188 000) 为 Sigma 公司产品。

2 方法和结果

2.1 样品溶液的制备: 精密吸取本品 2.5 mL, 振摇下缓缓加入乙醇 20 mL, 放置 10 min, 离心 10 min (3 000 r/min), 沉淀用水溶解后, 定量移入 500 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.2 标准溶液的制备: 精密称取葡聚糖 50 mg, 用水溶解并定容至 500.0 mL, 制成每 1 mL 含 0.1 mg 的葡聚糖标准溶液。

2.3 测定波长的选择: 分别吸取样品溶液和葡聚糖标准溶液各 1 mL 于具塞试管中, 置冰水浴中, 迅速加入新配制的 0.2% 蒽酮-硫酸溶液 4.0 mL, 摇匀, 在沸水浴中煮沸 10 min, 取出, 用自来水迅速冷却并放至室温, 以同样方法处理的水为空白, 在 400~800 nm 扫描, 结果见图 1

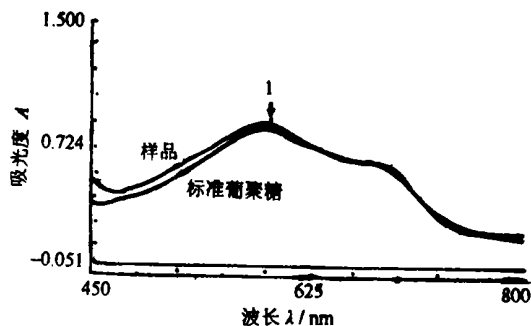


图 1 蒽酮-硫酸法测定亮菌多糖和葡聚糖扫描色谱图

扫描结果表明: 样品溶液最大吸收波长与葡聚糖标准溶液的最大吸收波长一致, 均为 586 nm 因此, 选择 586 nm 作为测定波长。

2.4 线性关系考察: 准确吸取葡聚糖标准溶液 0.10, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80 和 1.00 mL, 分别置于 10 mL 具塞试管中, 用水补充到 1.00 mL, 置冰水浴中分别迅速加入新配制的 0.2% 蒽酮-硫酸溶液 4.0 mL, 各管加完后一起浸于沸水浴中煮沸 10 min 取出, 用自来水迅速冷却并放至室温, 以同样方法处理的水为空白, 于 586 nm 测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 多糖含量为横坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 0.037X + 0.005$, $r = 0.9996$ 结果表明, 多糖含量在 2~20 $\mu\text{g/mL}$ 范围内与吸光度呈良好的线性关系。

2.5 稳定性试验: 将标准溶液显色后每 20 min 测定一次, RSD 为 0.10% ($n = 6$), 结果表明 2 h 内显色稳定。

2.6 精密度试验: 取标准溶液 5 份, 测定吸光度, RSD 为 1.6% ($n = 5$), 结果表明: 该测定方法精密度良好。

2.7 重现性试验: 取批号为 001204 样品 5 份, 分别依法测定, RSD 为 2.36% ($n = 5$), 结果表明: 该测

定方法重现性良好。

2.8 回收率试验: 取批号为 001204 的样品 5 份, 每份 2.50 mL, 加入 50 mg 葡聚糖标准品, 溶解, 用 10 mL 乙醇醇沉, 沉淀用蒸馏水溶解后, 定容至 1 000.0 mL, 依法测定, 结果平均回收率为 98.4%, RSD 为 3.2% ($n = 5$)。

2.9 样品测定: 对 10 批样品进行了含量测定, 结果见表 1 测定结果表明: 亮菌糖浆中多糖的含量为 13.6~17.4 mg/mL。

表 1 10 批亮菌糖浆多糖含量测定结果 (mg/mL)

批号	多糖含量		平均含量
001103	16.0	16.4	16.2
001107	14.6	14.3	14.4
001007	16.8	16.4	16.6
001018	15.2	15.4	15.3
001019	16.4	16.1	16.2
001020	17.6	17.3	17.4
001201	14.1	14.5	14.3
001102	14.4	14.6	14.5
001203	13.6	13.5	13.6
001206	16.4	16.3	16.4

3 讨论

3.1 实验结果表明: 亮菌糖浆以乙醇沉淀获取多糖, 然后用蒽酮-硫酸法测定其含量, 方法简便、准确、精密度好, 可用于亮菌糖浆的质量控制和生产工艺研究。

3.2 亮菌多糖的相对分子质量为 145 000^[7], 因此, 我们选择相对分子质量为 188 000 的葡聚糖作对照品, 以校正测定结果。对葡聚糖溶液和样品溶液的紫外扫描结果表明, 二者均在 586 nm 波长处有最大吸收, 虽与文献报道不同^[8], 但多次扫描, 结果稳定。

参考文献:

- [1] 江苏省亮菌科研协作组临床肝炎小组. 亮菌治疗迁延性、慢性病毒性肝炎的疗效观察 [J]. 江苏医药, 1976, (3): 18-20.
- [2] 江苏省亮菌科研协作组临床胆囊炎小组. 亮菌治疗慢性胆囊炎 475 例疗效总结 [J]. 江苏医药, 1976, (1): 25-27.
- [3] 黄炳贺, 姚冬生, 陈伟强, 等. 假密环菌杂多糖 Y-HW 组分在实验性肝损伤中护肝作用的研究 [J]. 实用医学杂志, 1998, 14 (8): 602-603.
- [4] 黄炳贺, 姚冬生, 陈伟强, 等. 假密环菌活性物对 ConA 诱导的小鼠 TNF- α 和 IFN- γ 蛋白产物表达的影响 [J]. 实用医学杂志, 1998, 14 (7): 531-532.
- [5] 许祥裕, 朱有华, 邓书增. 亮菌多糖辐射防护和升白作用的实验研究 [J]. 中草药, 1985, 16 (8): 19-23.
- [6] Kihō T, Shiose Y, Nagai K, et al. Polysaccharides in fungi XXX. Antitumor and immunomodulating activities of two polysaccharides from the fruiting bodies of *Armillariella tabescens* [J]. Chem Pharm Bull, 1992, 40 (8): 2110-2114.
- [7] 方积年, 叶淳渠, 吴淑云, 等. 亮菌多糖的研究 I. ATM 3 组分的分离纯化及其性质 [J]. 生物化学与生物物理学报, 1984, 16 (3): 222-227.

[8] 张惟杰. 糖复合物生化研究技术(第2版)[M]. 杭州: 浙江大

学出版社, 1999.

人参四君子汤与党参四君子汤的鉴别

潘赞红¹, 金鑫^{2*}

(1. 天津传染病医院, 天津 300192 2. 天津中医学院, 天津 300193)

中图分类号: R286.01

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0235-01

四君子汤出自宋代《太平惠民和剂局方》, 具有益气健脾之功效。方中君药若用人参, 则取大补元气、健脾养胃之效; 若以党参为君药, 则侧重于生津养血、补中益气。从价格上分析, 人参价格比党参高, 因此许多药厂为了牟利均以党参代替人参, 因而患者服用后效果欠佳。为此, 我们以人参、党参混用的四君子汤冲剂为例, 对二者进行了鉴别。

1 人参与党参四君子冲剂的制备

1.1 人参四君子冲剂的制备: 先将人参药材用 10% 乙醇浸泡 4 h, 过滤得滤液; 将残渣加适量无水乙醇回流 2 h, 过滤得滤液; 再将残渣加 10% 乙醇回流 1 h, 过滤得滤液, 将以上滤液合并, 浓缩至稠膏状。水蒸气蒸馏提取挥发油后的白术残渣、人参残渣、茯苓、甘草混合后水煎煮 2 次 (10 倍量, 1 h; 8 倍量, 30 min), 滤液浓缩成稠膏。合并人参稠膏和混和物稠膏, 热测质量体积比 1.3 左右, 然后与适量淀粉混合制粒, 并喷入白术挥发油, 即得人参四君子冲剂。在 60℃ 干燥, 水分控制在 2% 以内。

1.2 党参四君子冲剂的制备: 将人参换成党参, 其余同人参四君子冲剂的制备。

2 供试液的制备

取人参四君子冲剂 1 g, 加氯仿 40 mL, 水浴回流 1 h, 取药渣挥干溶剂, 用水 0.5 mL 湿润, 加水饱和和正丁醇 10 mL, 超声处理至上层液澄清, 吸取上清液 5 mL, 加 3 倍量氨试液摇匀, 放置使分层, 取上层液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为人参四君子冲剂供试液。

取人参药材 1 g, 按上述方法制得人参药材供试液。

取党参四君子冲剂 1 g, 加甲醇回流提取至提取液无色, 水浴浓缩, 加适量蒸馏水稀释, 上 D4020 型大孔树脂柱, 水洗脱至无色透明, 再用 50% 甲醇洗脱, 收集洗脱液, 水浴蒸干溶剂, 定量转移至 5 mL 容量

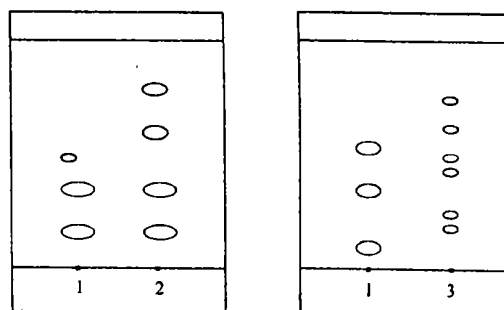
瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 作为党参四君子冲剂供试液。

3 薄层色谱鉴定

照薄层色谱法试验, 吸取上述 3 种溶液各 2 μ L, 分别点于两块硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水 (15: 10: 22: 10) 为展开剂展开, 取出晾干, 喷以 10% 硫酸-乙醇, 挥尽乙醇后于 105℃ 下烘至斑点清晰, 取出在日光下检视。

4 结果

人参四君子冲剂色谱中在与人参色谱相应的位置上显相同的红色斑点。党参四君子冲剂色谱中与人参色谱中所显示的斑点位置颜色、大小均不相同。人参色谱中的斑点小且呈紫红色, 党参四君子冲剂色谱中的斑点大且呈暗灰色, 见图 1。



1-人参 2-人参四君子冲剂 3-党参四君子冲剂

图 1 薄层色谱图

5 讨论

提取过程中, 对人参进行各步处理所用的乙醇浓度不同, 目的在于尽量减少人参有效成分的损失。用 D4020 型大孔树脂除去党参皂苷中的水溶性杂质效果比较好, 水洗用量不宜过多, 以防皂苷损失。

利用本实验的薄层色谱法对两种四君子汤进行鉴别, 方法简单易行, 结果明显, 有利于用药准确、鉴定真伪。