

33.4%, 15.9%, 5.0%, RSD 分别为 0.91%, 1.85%, 0.43%, 1.22% ( $n=5$ ).

2.6 回收率试验: 取已知含量的 4 种供试品溶液, 分别加入一定量的葡萄糖对照品溶液, 混匀后取 1.0 mL 于 25 mL 具塞试管中, 依 2.1 项下方法显色, 测定吸光度, 计算回收率。结果灵芝、香菇、黄芪、枸杞的平均回收率及其 RSD 分别为 100.6%, 1.36% ( $n=5$ ); 101.1%, 2.13% ( $n=4$ ); 99.56%, 2.47% ( $n=5$ ); 102.8%, 2.01% ( $n=5$ ).

2.7 样品的测定: 按上述 2.1, 2.2 项下方法操作, 测定了 8 批样品中的多糖, 结果见表 1

表 1 提取物中多糖含量测定结果 ( $n=3$ )

Table 1 Polysaccharide in extracts ( $n=3$ )

样品	多糖含量 %	RSD %
灵芝 01	13.06	0.65
02	12.33	1.21
枸杞 01	5.42	0.77
02	5.66	0.45
黄芪 01	18.44	1.15
02	20.36	0.86
香菇 01	40.67	1.05
02	35.25	1.01

### 3 讨论

3.1 检测波长的选择<sup>[1,2]</sup>: 取反应溶液, 以蒸馏水同法做空白, 在 300~700 nm 做吸光度扫描, 得其最大吸收波长为 485 nm

3.2 水浴条件选择: 取对照品溶液与供试品溶液做不同水浴时间及水浴方式的实验, 结果表明水浴时间及方式对反应影响不大

3.3 浓硫酸加入方式的选择: 试验发现, 加入浓硫

酸的操作方法是影响显色结果的主要因素。常规试剂加入方法引起显色结果不平行。采取“移液管悬空, 垂直加入浓硫酸, 立即摇匀”的方式和“缓慢沿壁加入浓硫酸, 分层, 静置一定时间后摇匀”的加入方式, 都能得到稳定的显色结果。但是不同操作方法显色结果不同。灵芝、枸杞、黄芪、香菇样品与葡萄糖对照品都在“垂直加入浓硫酸, 立即摇匀”的操作条件下显色反应最充分。故选择该操作步骤为实验条件。

3.4 对照品的选择<sup>[3]</sup>: 本实验对灵芝、枸杞、黄芪、香菇多糖样品和葡萄糖、果糖对照品都做了不同浓硫酸加入方式的实验。结果发现, 灵芝、枸杞、黄芪、香菇样品和葡萄糖对照品现象一致, 所以选择葡萄糖做为检测灵芝、枸杞、黄芪和香菇样品的对照品。

3.5 供试品溶液制备条件的选择: 采用 80% 乙醇超声除去样品中的单糖, 则方法平行性差。通过实验, 确定了“根据实际称样量按比例加入 80% 乙醇, 超声振荡 2 h”的条件, 得到了稳定的检测结果

3.6 灵芝、香菇、黄芪、枸杞提取物是组成较复杂的粗多糖产品, 本方法以葡萄糖做对照, 检测结果以葡萄糖计, 得到稳定的检测结果。

### References

- [1] Dong Q, Zheng L Y, Fang J N. Modified phenol-sulfuric acid method for determination of the content of oligo- and polysaccharides [J]. *Chin Pharm J* (中国药理学杂志), 1996, 31(9): 550-553.
- [2] Yu C, Ding G Q, Yu S, et al. The method research of lentinan determination [J]. *China Public Health* (中国公共卫生), 2000, 16(3): 245-246.
- [3] Lin Y, Wu Y M, Wu W, et al. The accuracy research of determination of sugars in natural products [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 1996, 8(3): 5-7.

## 女宝胶囊的显微特征与薄层色谱鉴别

王勋久, 王益平\*

(重庆市万州区药品检验所, 重庆 404000)

女宝胶囊质量标准收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第五册。处方由人参、川芎、鹿胎粉、银柴胡、牡丹皮、阿胶、龟甲、鳖甲、白芍、肉桂、白术、泽泻、杜仲、荆芥穗、鹿茸等 45 味中药组成, 标准中只有工艺制法及检查项。本实验采用显微观察, 对荆芥穗、白芍、人参、杜仲、泽泻、白术、

肉桂、鹿茸 8 味药进行显微鉴别, 采用薄层色谱法对方中的人参、白芍、白术贵重药进行定性鉴定

### 1 材料与试剂

女宝胶囊由吉林省四平市好得快药业有限公司生产, 批号 20020801; 对照品、对照药材均由中国药品生物制品检定所提供; 硅胶 G (青岛海洋化工厂生

产);所用试剂均为分析纯

## 2 方法与结果

2.1 显微鉴别:取本品,置显微镜下观察,见图 1 花粉粒近球形,直径 27~ 31 nm,具 6 沟,外壁两层明显,具网状雕纹(荆芥穗,图 1-1)。草酸钙簇晶较多,随处散在或存在于薄壁细胞中,以及细胞间隙中,直径 11~ 35 nm,有时排成纵行(白芍,图 1-2)。橡胶丝细胞长条形,稍弯曲或扭曲成团,直径 8~ 16 nm,表面略粗糙,显颗粒性(杜仲,图 1-3)。草酸钙针晶细小,不规则充塞于薄壁细胞中,并有散在,长 10~ 32 nm(白术,图 1-4)。皮层薄壁细胞,略呈多角形,有明显的三角形细胞间隙,垂周壁稍弯曲,壁较薄,表面有多数纹孔,为相集成的纹孔(泽泻,图 1-5)。草酸钙簇晶大,直径 20~ 86 nm,棱角大多锐尖(人参,图 1-6)。石细胞较多,成群或散在,壁厚,孔沟明显(肉桂,图 1-7)。毛茸多碎段,表面由薄而透明的扁平细胞(鳞片)作复瓦状排列的毛小皮所包围,毛根长,常与毛囊相连,基部膨大作撕裂状(鹿茸,图 1-8)

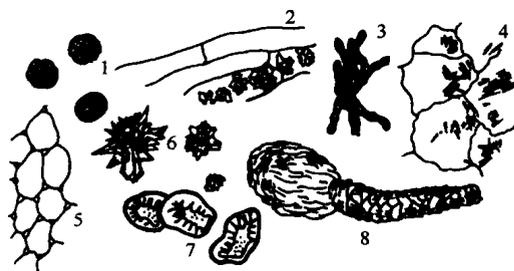


图 1 女宝胶囊的显微特征

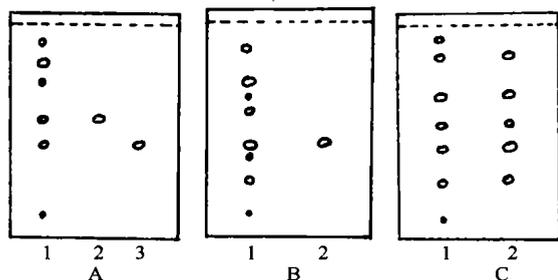
Fig. 1 Microscope characteristics of Ni bao Capsule

2.2 人参的薄层色谱鉴别:取本品 30 g,用正丁醇 40 mL,超声处理 30 min,滤过,取正丁醇液蒸干,加 40% 硫酸乙醇水 (8: 100) 25 mL,加热回流 1 h,挥去乙醇,用氯仿 15 mL 摇振提取,分取氯仿层,用 2 g 无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  脱水,滤过,滤液浓缩至 1 mL,作为供试品溶液。另取人参二醇、人参三醇对照品分别加无水乙醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各  $10\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环乙烷-丙酮 (2: 1) 为展开剂,展开,取出晾干,喷以硫酸-甲醇溶液 (1: 2),在  $105^\circ\text{C}$  加热 10 min,置紫外光灯 (365 nm) 下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同棕褐色的荧光斑点。见图 2-A

2.3 白芍的薄层色谱鉴别:取本品 25 g,加乙醇 40 mL,超声处理,静置 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 30 mL,在水浴上加热使溶解,用水饱和的正丁醇振荡萃取 4 次,每次 25 mL,合并正丁醇萃取液,

用正丁醇饱和的水洗涤 3 次,每次 20 mL,弃去水液,正丁醇液蒸干,残渣加乙醇 30 mL 使溶解,加活性炭 1 g,在水浴上加热 3 min,滤过,用温热乙醇 20 mL 反复洗涤残渣,合并滤液和洗涤液,浓缩至 1 mL,作为供试品溶液。另取芍药苷对照品,加乙醇制成 3 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。吸取供试品溶液  $10\mu\text{L}$ ,对照品溶液  $6\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸 (35: 5: 8: 0.2) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。色谱图中在与对照品色谱相应的位置上显相同浅褐色斑点 (图 2-B)。

2.4 白术的薄层色谱鉴别:取本品 20 g,置具塞锥形瓶中加醋酸乙酯 30 mL,塞紧,超声处理 15 min,滤过,滤液用 2 g 无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  脱水,温水浴中浓缩至干,加醋酸乙酯 1 mL 溶解,作为供试品溶液。另取白术对照药材 3 g,加醋酸乙酯 5 mL,超声处理 5 min,静置,滤过,滤液作为对照药材溶液。吸取供试品溶液  $10\mu\text{L}$ ,对照药材溶液  $5\mu\text{L}$ ,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上,以石油醚 ( $60^\circ\text{C}\sim 90^\circ\text{C}$ ) - 醋酸乙酯 (60: 1) 为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,在  $105^\circ\text{C}$  加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在以对照药材色谱相应的位置上,显相同浅紫色斑点。见图 2-C。



1-样品	1-样品	1-样品
2-人参二醇	2-芍药苷	2-白术对照药材
3-人参三醇	1-sample	1-sample
1-sample	2-paeoniflorin	2-reference crude
2-panaxadiol		drug
3-ginsenoside Rc		

图 2 人参 (A)、白芍 (B) 和白术 (C) 的 TLC 图谱  
Fig. 2 TLC chromatograms of *Radix Ginseng* (A), *Radix Paeoniae Alba* (B), and *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* (C)

## 3 讨论

3.1 选择处方中具有典型显微特征的药味进行显微鉴别,具有专一性、可靠性

3.2 采用薄层色谱法鉴别人参皂苷的酸水解的产物人参二醇、人参三醇,避免了直接用人参皂苷作对照时其他药材所含皂苷的干扰。