

次的浸出物测定(采用稀醇热浸法, $n = 10$),测定结果为 10.3% ~ 15.6%;水分测定结果为 8.3% ~ 12.5% ($n = 10$);灰分测定结果为 9.4% ~ 13.8% ($n = 10$)。

3.3 盐酸小檗碱的含量测定结果为 0.73% ~ 1.82% (g/g)较其它文献^[1]要高,可能为黄连须中灰分含量不同所致。

致谢:感谢广东省药品检验所肖树雄老师在实验中提供了大量的帮助!

参考文献:

[1] 毛爱英,汪经环. 利川产黄连须中小檗碱薄层扫描法的

含量测定 [J]. 湖北中医杂志, 2000, 22(3): 49 - 50

[2] 李宇, 韩凤梅, 柳伟, 等. 反相高效液相色谱法测定加味左金丸中盐酸小檗碱和吴茱萸次碱的含量 [J]. 中国中药杂志, 2006, 41(8): 631.

[3] 杨雄志. RP-HPLC法测定胃泰胶囊中盐酸小檗碱的含量 [J]. 广东药学院学报, 2006, 22(2): 55.

[4] 何迅, 李勇军, 王爱民, 等. 高效液相色谱法测定妇科止带胶囊中盐酸小檗碱的含量 [J]. 贵阳医学院学报, 2006, 31(1): 49.

(收稿: 2007 - 10 - 12; 修回: 2007 - 10 - 24)

分光光度法测定益智胶囊中粗多糖的含量

汪 芸 (广东省药品检验所, 广东 广州 510180)

摘要:目的 建立测定益智胶囊中粗多糖含量的方法。方法 用 80%乙醇沉淀益智胶囊中的粗多糖,再用碱性硫酸铜沉淀提纯后,进行苯酚-硫酸反应,比色测定含量。结果 葡聚糖浓度在 0~0.0077 mg/ml 范围内线性关系良好, $r = 0.9982$, 平均回收率 99.3%。结论 本方法简便、快捷、准确,适用于保健食品中水溶性粗多糖的检测。

关键词:分光光度法;益智胶囊;粗多糖

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1673 - 4610(2008)01 - 0040 - 03

Determination of Crude Polysaccharide in Yizhi Capsule by Visible Spectrophotography

WANG Yun (Guangdong Institute for Drug Control, Guangzhou, Guangdong, China 510180)

Abstract: Objective To establish a method for the determination of crude polysaccharide in Yizhi capsule. **Methods** Crude polysaccharide in Yizhi capsule was deposited with 80% ethanol and purified by means of cupric sulfate. The content of crude polysaccharide was determined by phenol-sulphuric acid colorimetry. **Results** Glucosan has a good linear relationship in the range of 0 ~ 0.0077 mg/ml ($r = 0.9982$), and the average recovery was 99.3%. **Conclusion** The method is simple, quick, and accurate, which is testified as an effective quality control method for water-soluble polysaccharide in health foods.

Key words: visible spectrophotography; yizhi capsule; crude polysaccharide

多糖是由二十多个到上万个单糖组成的大分子,其在抗凝、抗血栓、调血脂、调节免疫功能和抗肿瘤、抗放射方面都有显著的药理作用与疗效。目前国内尚无标准方法测定多糖的含量,本法用乙醇沉淀保健食品中的粗多糖,再用碱性硫酸铜提纯后,以葡聚糖作标准进行苯酚-硫酸显色,其精密度、准确度符合要求,能满足粗多糖的检测要求。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

分光光度计(日本 SHIMADZU, UV-2450)离心机(德国 Eppendorf, 3000 r/min)漩涡混合器(江苏海门麒麟医用仪器厂, GL-88B)。

1.2 试剂

80%乙醇; 100 g/L 氢氧化钠溶液; 铜试剂储备液:称取 3.0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、30.0 g 柠檬酸钠,加水溶解稀释至 1000 ml,混匀备用;铜试剂应用液:取铜试剂储备液 50 ml,加水 50 ml混匀后加 12.5 g 无水硫酸钠并使其溶解,临用新配;洗涤液:取水 50

作者简介:汪 芸 (1977 -),女,硕士,主管药师,主要从事药品及保健品检验工作。

ml,加入 10 ml铜试剂应用液,10 ml 100 g/L氢氧化钠溶液,混匀;10%硫酸溶液;苯酚溶液(50 g/L)。

2 测定方法

2.1 线性关系

2.1.1 葡聚糖标准储备溶液 精密称取干燥至恒重的葡聚糖对照品 0.5007 g,加水溶解,并定容至 50 ml,混匀,置冰箱中保存。

2.1.2 葡聚糖标准使用液 吸取葡聚糖标准储备液 1.00 ml,置于 100 ml量瓶中,加水至刻度,混匀,置冰箱中保存。此溶液每 1 ml中含葡聚糖 0.10 mg。

2.1.3 精密吸取葡聚糖标准使用液 0.0, 0.10, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 ml(相当于葡聚糖 0.0, 0.010, 0.020, 0.040, 0.060, 0.080, 0.10 mg)分别置于 25 ml比色管中,准确补充水至 2.0 ml,加入 50 g/L苯酚溶液 1.0 ml,在旋转混匀器上混匀,小心加入浓硫酸 10.0 ml后于旋转混匀器上小心混匀,至沸水浴中煮沸 2 min,冷却至室温后用分光光度计在 485 nm波长处,以试剂空白为参比,1 cm比色皿测定吸光度值。结果见表 1。

表 1 吸光度值

吸光度 (485 nm)	浓度 (mg/ml)
0.000	0.00000
0.057	0.000770
0.100	0.001541
0.161	0.003081
0.271	0.004622
0.363	0.006162
0.485	0.007703

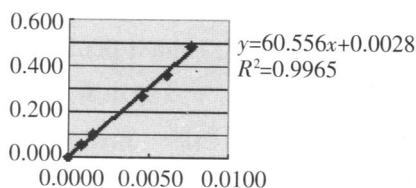


图 1 线性关系

试验表明:葡聚糖浓度在 0~0.0077 mg/ml范围内线性关系良好,其线性方程为: $y = 60.556x + 2.8 \times 10^{-2}$ ($r = 0.9982$)。

2.2 样品测定

2.2.1 样品提取 称取混合均匀的益智胶囊内容物 2.0 g,精密称定,置于 100 ml量瓶中,加水 80 ml左右,于沸水浴上加热 2 h,冷却至室温后补加水至刻度,混匀后过滤,取续滤液供沉淀多糖。

2.2.2 沉淀粗多糖 精密取 2.2.1项下滤液 5.0 ml,置于 50 ml离心管中,加入无水乙醇 20 ml,混匀 5 min后,以 3000 r/min离心 5 min,弃去上清液。残渣用 80%乙醇溶液数 ml洗涤,离心后弃去上清液,反复 3~4次操作。残渣用水溶解并定容至 5.0 ml,混匀,供沉淀葡聚糖。

2.2.3 沉淀葡聚糖 精密取 2.2.2项溶液 2 ml置于 20 ml离心管中,加入 100 g/L氢氧化钠溶液 2.0 ml,铜试剂溶液 2.0 ml,沸水浴中煮沸 2 min,冷却后以 3000 r/min离心 5 min,弃去上清液。残渣用水洗涤液数毫升洗涤,离心后弃去上清液,反复 3次操作后,残渣用 100 ml/L硫酸溶液 2.0 ml溶解并转移至 50 ml量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液为试样测定液。

2.2.4 样品的测定 精密吸取试样测定液 2.0 ml置于 25 ml比色管中,加入 50 g/L苯酚溶液 1.0 ml,在旋转混匀器上混匀后,沿管壁小心加入浓硫酸 10.0 ml后于旋转混匀器上小心混匀,置沸水浴中煮沸 2 min,冷却至室温后用分光光度计在 485 nm波长处,以试剂空白为参比,1 cm比色皿测定吸光值。从标准曲线上查出葡聚糖含量,计算试样中水溶性粗多糖含量。

表 2 样品测定结果

称样量 W (g)	Abs	C(mg/ml)	X (%)
2.0608	0.272	0.00445	1.75
2.0270	0.288	0.00471	1.88
2.0059	0.277	0.00453	1.83
2.0069	0.275	0.00450	1.82
2.0262	0.279	0.00456	1.83
2.0069	0.283	0.00463	1.87

3 稳定性

分别在供试品溶液制成后的 10、30、60、90、120、180 min内测定,共测 6次,测定结果见表 3,表明了样品溶液在 3 h内性质稳定。

表 3 稳定性试验

10 min	30 min	60 min	90 min	120 min	180 min	RSD (%)
0.292	0.291	0.292	0.291	0.293	0.292	0.25

4 精密度

取同一样品溶液重复测定 6次,其测定值分别为 0.290、0.289、0.292、0.294、0.293、0.290, RSD = 0.8%。

5 回收率

平行称取混合均匀的固体试样 1.0 g共 9份,

依次加入葡聚糖标准使用液 0.2、0.2、0.2、0.4、0.4、0.4、0.6、0.6、0.6 ml,分别置于 100 ml量瓶中,加水 80 ml左右,于沸水浴上加热 2 h,冷却至室温后,补水至刻度,混匀后,过滤,弃去初滤液供沉淀粗多糖。照样测定项下的 2.2.2开始同法制备供试品溶液,结果见表 4。

表 4 回收率试验

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	实际测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
0.05819	0.020	0.07785	98.3	
0.06113	0.020	0.08123	100.5	
0.05973	0.020	0.07955	99.1	
0.05836	0.040	0.09844	100.2	
0.05788	0.040	0.09732	98.6	99.3
0.05937	0.040	0.09913	99.4	
0.05988	0.060	0.1191	98.7	
0.05902	0.060	0.1189	99.8	
0.05950	0.060	0.1192	99.5	

6 讨论

6.1 蒽酮-硫酸比色法测定多糖的含量,方法稳定,但蒽酮试剂要新鲜配制,葡萄糖浓度应控制在 510~2510 mg/L为宜。采用过夜的蒽酮试剂,葡萄糖

在 500 nm 处也出现最大吸收,但在低浓度时,最大吸收峰不明显,重现性差。

6.2 苯酚试剂及浓硫酸应精密加入,先静置后振荡,置水浴中加热 15 min后立即冷却。

6.3 多糖是一类非特异性免疫增强化合物,能提高机体的免疫功能,增强抗病能力,有防老、防衰、防癌、抗癌以及防治肝炎等作用,受到人们的普遍重视,得到了相应的研究和开发。从线性、精密度、稳定性等试验结果可看出:用苯酚-硫酸显色,分光光度法测定保健食品益智胶囊中粗多糖的含量准确性高、重现性好、方法简便易操作。

参考文献:

- [1] 董群. 改良苯酚-硫酸法测定多糖和寡多糖含量的研究[J]. 中国药杂志, 1996, 31(9): 550-551.
- [2] 韩玉莲, 罗雪云. 植物中多糖的测定[J]. 中国食品卫生杂志, 1995, 7(3): 47-51.
- [3] 骆苏芳, 彭树灵, 刘国章, 等. 蒽酮硫酸法测定益元口服液中总多糖的含量[J]. 广东药学院学报, 2007, 23(1): 3-5.
- [4] 沈向红. 保健食品中粗多糖测定方法研究[J]. 实用预防医学, 2001, 8(6): 461-462.

(收稿: 2007-10-19; 修回: 2007-11-01)

金菊五花茶颗粒的质量标准研究

胡玉良, 刘挺枫 (广东省中山市药品检验所, 广东 中山 528400)

摘要:目的 提高金菊五花茶颗粒的质量标准。方法 采用薄层色谱法鉴别木棉花、葛花、山银花;用 HPLC测定槐花中芦丁的含量。结果 薄层色谱斑点清晰,阴性对照无干扰。HPLC线性关系良好,平均回收率为 100.8%,RSD为 0.78% (n=6)。结论 方法简便可靠,专属性强,重现性良好,可用于金菊五花茶颗粒的质量控制。

关键词:金菊五花茶颗粒;木棉花;葛花;山银花;芦丁;质量标准

中图分类号:R286.0 文献标识码:A 文章编号:1673-4610(2008)01-0042-04

Study on Quality Standard of Jinju Wuhuacha Grain

HU Yu-liang, LIU Ting-feng (Zhongshan Institute for Drug Control, Zhongshan, Guangdong 528400)

Abstract: Objective To improve the quality standard for Jinju Wuhuacha grain. **Methods** Kapok, lobed kudzu vine flower, and wild honeysuckle immature flower in this preparation were identified by TLC, and the rutin of sophora flower was determined by HPLC.

Results The kapok, lobed kudzu vine flower, and wild honeysuckle immature flower in samples were positive in TLC. The result of HPLC had good linear behavior. The average recovery rate was 100.8%, and the RSD was 0.78% (n=6). **Conclusion** These methods are simple and accurate, and can be used in the quality control of Jinju Wuhuacha grain.

Key words: Jinju Wuhuacha grain; kapok; lobed kudzu vine flower; wild honeysuckle immature flower; rutin quality standard

作者简介:胡玉良(1979-),女,本科,主管药师,从事药物质量标准研究。