

肾石消胶囊中多糖含量测定

沈阳药科大学(110015) 周采菊 王 静 高文兰

肾石消的主要成分是榭叶,其中榭叶多糖具有排石、抑石作用。多糖含量测定方法已有报道^[1,2],酚硫酸法和蒽酮硫酸法只能测定总糖含量,不能排除还原性杂质的干扰,我们采用的间接碘量法^[3]测定多糖含量,不受还原性杂质干扰,结果满意。

1 试剂与样品

铜试剂:酒石酸钾钠 12g,无水碳酸钠 20g,碳酸氢钠 25g,硫酸铜 6.5g,碘酸钾 0.8g,碘化钾 18g,草酸钾 18g,加水配成 1000ml 溶液。

其他均为分析纯试剂。

肾石消胶囊:由沈阳市东陵药物研究所提供。

2 方法和结果

2.1 多糖样品的制备:精密称肾石消胶囊 2g 粉末,用 100ml 无水乙醇回流提取至无色。残渣转移至 100ml 容量瓶中,离心,上清液备用。

2.2 水解条件:对同一批号多糖样品,在 5ml 6mol/L 盐酸作用下,于 0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、4.0、5.0h 条件下水解,测定多糖含量。结果表明,水解 4h,多糖水解完全。

2.3 标准曲线:称取 105℃干燥至恒重的葡萄糖制成 0.4mg/ml 的标准溶液。精密吸取 0.50、1.00、1.50、2.00、2.50ml,分别置 50ml 碘量瓶中,各精密加入 5.00ml 铜试剂,再加入水至 10.00ml,沸水浴 15min,冷却,加 1ml 2.5mol/L H_2SO_4 ,立即以 0.005mol/L $Na_2S_2O_3$ 滴定至淡绿色,加淀粉指示液 2 滴,继续滴至蓝色消失,同时作空白对照,求得标

准葡萄糖回归方程 $Y=7.66X-1.296$, $r=0.9998$ (Y 为空白与样品消耗的硫代硫酸钠液毫升数之差, X 为标准葡萄糖毫克数)。

2.4 样品测定:精密量取多糖样品 5.00ml,加 5ml 6mol/L 盐酸沸水浴加热 4h,冷后加 1 滴酚酞,用 6mol/L 氢氧化钠中和至极微红色,转至 25ml 容量瓶中,摇匀,离心。取上清液(作总糖测定)2.00ml,连同多糖样品(作还原糖杂质测定)0.50ml,按 3 项下方法,自精密加入 5.00ml 铜试剂起,依法测定,以回归方程计算,含量为 17.64mg/粒, $RSD=0.3\%$ ($n=3$)。

2.5 回收率试验:样品处理及测定同“样品测定”项,结果平均回收率为 90.3%, $RSD=2.8\%$ ($n=5$)。

3 讨论

3.1 多糖供试液中多糖含量随时间略有变化,故不可长时间放置。

3.2 本法可消除样品中还原性杂质对多糖含量测定的影响。

参 考 文 献

- 1 张惟杰.复合多糖生化研究技术.上海:上海科学技术出版社.1987.6
- 2 张金亭,等.吉林医药工业,1987,(2):3
- 3 北京大学生物系生化教研室编.生物化学实验指导.北京:人民教育出版社,1982.3

(1995-12-15 收稿)

安徽省高校科技函授部中医函授大专部招生

为继承和发展祖国医学,给有志于中医事业者开辟自学成才之路,经省教委批准继续面向全国招生。使用全国统编教材,确保大专水平。根据高教自考规定,开设十二门中西医课程。各科均由著名专家教授全面辅导教学。高中或初中以上文化程度均可报名。来函至 236000 安徽阜阳高函办《总部招生办》即寄简章。

安徽高校联合培训部中医、兽医函授大专班招生

经省教委批准,第六期兽医、第十一期中医函授班继续面向全国常年招生。使用全国高等院校统编教材,由专家教授辅导,详情见招生简章。中学以上文化程度免试入学。报名费 3 元。邮至安徽合肥市五里墩邮政 9-90T 信箱于毅江收。款到即寄招生简章和入学登记表。邮编:230031 电话:(0551)5562566-626