

2.2.6 稳定性考察:将对照品溶液点于薄层板上,展开,挥干,显色,吹干,每隔1h测定对照品各斑点的面积值,结果表明,柴胡皂甙A斑点在1h内稳定。

2.2.7 精密度测定:同一斑点连续5次扫描测定,RSD=0.84%,同一薄层板上5个相同量的对照品溶液的斑点测得面积,计算变异系数RSD在1.73%~2.87%之间。

2.2.8 标准曲线的绘制:精密吸取柴胡皂甙A对照品溶液1、2、3、4、5 μ L,点于同一薄层板上,按上述条件进行层离扫描,以对照品浓度为横坐标,测得峰面积为纵坐标,作图。回归方程为 $Y=0.004X+0.7236$ 。相关系数 $r=0.9997$ 。结果表明,柴胡皂甙A浓度在0.5~2.5 μ g范围内与其峰面积值呈线性关系。

2.2.9 样品分析:精密吸取上述样品溶液各2 μ L,对照品溶液2、4 μ L,依法测定,结果见表1。

表1 不同提取时间样品中柴胡皂甙A的含量

样品	柴胡皂甙A含量(%)						
	1	2	3	4	5	\bar{C}	RSD(%)
工艺 I (4 h)	0.319	0.326	0.331	0.334	0.316	0.325	2.11
工艺 II (6 h)	0.307	0.298	0.294	0.297	0.305	0.301	1.74
工艺 III (8 h)	0.038	0.039	0.036	0.037	0.038	0.038	2.68

以上实验均为3次平行实验平均值每次 $n=5$ 。

2.2.10 回收率测定:精密称取提取6h样品液4份,其中3份加入一定量的柴胡皂甙

A标准品,按上述方法测定含量。经计算,平均回收率为99.73%。

3 结果与讨论

3.1 实验结果表明,加热提取时间对柴胡皂甙A含量影响较大,以不超过6h为宜。再随提取时间的延长,其含量逐渐降低。加热提取8h柴胡皂甙A已损失殆尽。因此,研制含有柴胡的制剂,应制定合理的加热提取时间。考虑到柴胡另一有效成分挥发油提取耗时较长,为同时保证挥发油及柴胡皂甙含量,我们采取了柴胡先浸泡工艺,缩短了挥发油提取时间,使提取挥发油完全,且柴胡皂甙A基本不受影响。

3.2 本实验由于未收集到柴胡皂甙D的对照品,故未能考察提取时间对其含量的影响。

3.3 中药成分复杂,因此在制定制备工艺时,应考虑各有效成分的性质及其在制剂过程中的变化,以保证制剂的质量及疗效。

致谢:柴胡皂甙A对照品由上海医药工业研究院罗思齐研究员惠赠。

参考文献

- 1 杜凯杰译. 国外医学(中医中药分册),1982,3(5):1
- 2 闻晓光,等. 中成药,1993,15(3):16
- 3 张文侠,等. 中药通报,1985,10(11):31
- 4 王伯俭. 中成药研究,1984,(8):6

(1996-11-13 收稿)

白术及其炮制品的多糖含量测定

浙江医科大学药学系(杭州 310006)

陈柳蓉*

浙江医科大学药厂

邵青 陆蕴**

摘要 用苯酚-硫酸法对各种白术炮制品的水溶性糖及还原糖进行了含量测定,为白术及其炮制品的品质评价提供了新的依据。

关键词 白术 炮制品 多糖 含量测定

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎,其主要成

* Address: Chen Liurong, Department of Pharmacy, Zhejiang Medical University, Hangzhou

** 浙江医科大学九五届毕业生

分为挥发油,另含大量多糖类物质,通过对多糖的含量测定,表明各种炮制品的多糖含量有显著的差异。

1 材料及仪器

白术购自浙江省金华市,经鉴定为白术 *A. macrocephala* Koidz. 的干燥根茎;各种炮制品按炮制规范^[1]制作,有:生白术、麸炒白术、土炒白术、清炒白术、焦白术、炭白术 6 种。

岛津 UV-260 型紫外分光光度计;酚试剂(重蒸);果糖标准品。

2 方法及结果

2.1 样品液的制备^[2]:还原糖的提取:准确称取白术粗粉(过 10 目筛)1.00 g,加 85%乙醇 15 mL,至 50℃水浴中加热 1 h,过滤,滤液再以 85%乙醇提取 2 次,合并滤液,蒸去乙醇,用水稀释定容至 50 mL。

水溶性糖的提取:准确称取白术粗粉 2.00 g 于圆底烧瓶中,加 20 mL 水回流煮沸 2 h,滤过,滤液用 15 mL 水再回流 30 min,滤过,合并滤液。加 5%ZnSO₄ 适量(约 2 mL)和饱和 Ba(OH)₂ 溶液适量(约 8 mL)以沉淀蛋白,振摇静置,上清液加几滴 Ba(OH)₂ 液直至无沉淀产生,滤入 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

2.2 标准曲线的制备:精密称取 105℃干燥恒重的标准果糖 10.23 mg,置 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,配成 102.3 μg/mL 的标准液,各取标准液 0.1,0.2,0.3,0.4,0.5,0.6,0.7 mL,依次加水使最终体积为 1.0 mL,另取 1 mL 水作为空白,每一试管中加入 1.0 mL 5%酚水混匀,加 5 mL 浓硫酸振摇 10 min,在 25℃水浴中放置 20 min,即于 490 nm 处测定吸收度,得回归方程为 $C=138.37A-0.8417$, $r=0.9995$ 。

2.3 加样回收率测定:测得结果平均回收率为 101.6%;RSD 为 2.8%。

2.4 稳定性试验:不同的显色时间对测定结果影响很大,以严格放置 20 min 测定,RSD = 2.28%,即比色结果稳定。

2.5 样品测定:取样品提取液 1.00 mL,置 100 mL 容量瓶中以水稀释定容,吸取稀释液 1.00 mL,按标准曲线项下操作,20 min 后即测定,结果如表 1。

表 1 样品含量测定结果(n=3)

测定内容	生白术	清炒白术	土炒白术	麸炒白术	焦白术	炭白术
还原糖%	12.72	11.40	13.12	16.74	19.17	31.35
水溶性糖%	41.74	43.86	29.81	26.92	31.31	25.29

3 讨论

3.1 测定结果表明除清炒白术外,白术炮制后还原糖含量增加,基本上是随着炮制程度的升高而增高,即炭白术>焦白术>麸炒白术>土炒白术>清炒白术。这可能是在炮制受热过程中有部分多糖水解成还原糖所致。

3.2 水溶性糖的测定结果除焦白术偏高外,其结果刚好与还原糖相反,即炭白术<麸炒白术<土炒白术<清炒白术,而清炒白术的水溶性糖含量甚至高于生白术,这可能是由于清炒增加了组织的疏松度而使成分更易浸出。

3.3 历来评价白术品质的定量指标只有挥发油的含量,通过本实验研究,试为白术的质量评价提供一个新的定量标准。

3.4 用本实验方法测定白术多糖应注意加入苯酚试液和硫酸后要充分混匀,再置 25℃水浴中 20 min,振摇时间及水浴时间均需严格控制,否则会影响测定结果。

参考文献

- 1 王孝涛,等编. 历代中药炮制法汇典. (现代部分)南昌:江西科学技术出版社,1989. 49
- 2 袁晓华,等编. 植物生理生化实验. 北京:高等教育出版社,1982. 9

(1996-08-14 收稿)

本刊尚有 1996 年增刊(总 282 期),265 页,收载中药新药研究与开发论文 141 篇。每册定价 50 元(含邮费),欲购者请汇款。地址:天津市鞍山西道 308 号《中草药》编辑部收。邮编 300193