

微波技术应用于生物胞内耐热物质的分离提取具有显著的特点,在分析方面体现了操作简便、快速、高效的优点,在实际生产过程中具有安全、节能的潜力。本文研究的从高山红景天根茎中提取红景天苷就反映出上述特点,用70%乙醇溶液回流提取2 h从高山红景天根茎中得到的红景天苷与微波处理1.5 min水提10 min的结果相当,而杂蛋白的浓度前者是后者的1.6倍。

高山红景天根茎中其它成分的提取本文未做考察,微波处理是否影响药物的药理作用尚待进一步研究。

本科生段大文同学参加了实验工作。

参考文献

- 1 许建峰,等.中草药,1998,29(3):202
- 2 许建峰.大连理工大学博士论文,1997年
- 3 Bradford M. Anal Biochem, 1976,72:248

(1998-11-02 收稿)

o-T 比色法测定无花果中糖类化合物的实验研究[△]

新乡医学院化学教研室(456003) 张积霞* 贺志安 席荣英 王东霞

摘 要 建立了*o*-T比色法测定无花果中糖类化合物的含量测定方法,波长630 nm,线性范围0.2~2 mg/mL, *RSD*=4.6%,回收率99.47%。该法显色灵敏,不必沉淀蛋白质,不受还原性物质的干扰,较其它方法操作简便,方法特异,准确,重复性好。既能测定总糖,还能测定还原糖,从而间接地得出多糖的含量,适用于中草药中糖类化合物含量的测定。

关键词 无花果 糖类化合物 *o*-T比色法

无花果 *Ficus carica* L. 为桑科榕属植物,具有健胃消食,消食解毒之功效。其果实含有抗癌有效成分^[1~4]和多种营养成分。其中糖类化合物是主要营养成分之一。目前糖的测定方法已有报道^[5~7],但有的只能测定总糖,不能排除还原性物质的干扰或操作繁琐或结果误差大等。我们采用邻甲苯胺法测定无花果中糖类化合物含量,结果满意。

1 仪器及试剂

CL-770 分光光度计(日本岛津),7230型分光光度计(中国上海)。

样品为采自河南省豫北地区的无花果熟果、幼果及叶的烘干粉末(60~100目)。所用试剂均为分析纯,标准品:葡萄糖2 mg/mL。

o-T试剂:940 mL冰乙酸中加入1.5 g

硫脲,60 mL邻甲苯胺混合,直至硫脲完全溶解,置棕色瓶中,室温保存24 h后使用。

2 方法与结果

2.1 实验方法:取样品1 mL,加入*o*-T试剂5 mL,沸水浴30 min,取出冷水冷却,于630 nm处,用0.5 cm比色皿,以试剂空白调零测吸收度值。

2.2 条件实验

2.2.1 吸收光谱测定:葡萄糖标准品与*o*-T试剂显色稳定后在CL-770分光光度计上测定吸收光谱,如图1所示,波长宽度(325~1100 nm)。由图可知,葡萄糖与*o*-T试剂反应后的最大吸收峰在630 nm处。

2.2.2 显色时间及稳定性:取试管7支均加水解液1 mL、*o*-T试剂5 mL混匀置沸水浴

* Address: Zhang Jixia, Xinxiang Medical College, Xinxiang

张积霞,女,33岁,河南新乡医学院临床医学本科毕业,实验师,1987年分配至新乡医学院化学教研室从事教学和科研工作,曾获厅级科研成果奖两项,在正式刊物上发表学术论文7篇。目前研究的方向:中草药有效成分的分析 and 有机配合物的合成。

[△]河南省科委资助课题

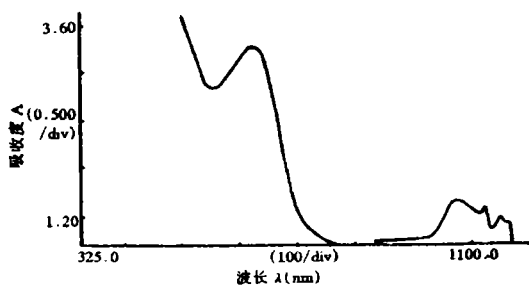


图1 葡萄糖与 o -T试剂的吸收光谱

中,分别在5,10,15,20,25,30,35 min分别取出冷却测吸收度,结果以煮沸30 min时吸收度值最大,冷却后30 min内显色稳定。

2.2.3 显色剂用量的选择:取试管7支加标准液与显色试剂之比分别为1:1~7,按上述方法沸水浴30 min冷却,结果两者之比为1:5时吸收度最大,其它比例吸收度值均降低。本文采用5 mL。

2.2.4 水解条件的选择:精密称取样品(熟果)0.5 g共7份,分别加入2%,10%,15%,20%,30%,40%,50% HCl 50 mL,沸水浴水解并于10,20,30,40,50 min,1,1.5,2,2.5,3 h分别取出1 mL加 o -T试剂5 mL同前试验,然后测吸收度值。结果用20% HCl水解30 min时,吸收度值最大,水解最完全。

2.2.5 标准曲线的制作:精密吸取葡萄糖标准液(2 mg/mL)0,0.1,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 mL,补充蒸馏水到1 mL,按实验方法显色,测吸收度值。求得回归方程为 $A = 0.7819C + 0.03614$, $r = 0.9992$ 。糖含量在0.2~2 mg/mL内服从比耳定律。

2.2.6 精密性:取水解后的同一样品一天内测定10次,结果 $RSD = 4.6\%$ 。

2.3 结果

2.3.1 可溶性糖类化合物的测定:精密称取无花果熟果、幼果和叶的干燥恒重粉末0.25 g于试管中(平行做3份),加入15 mL 80%乙醇,塞紧,50℃水浴提取30 min,倾出上清液,残渣再用80%乙醇提取3次,合并定容至100 mL,按实验方法显色测吸收度值,由回归方程计算含量。见表1。

2.3.2 总糖含量测定:精密称取无花果熟

果、幼果及叶的干燥粉末0.25 g于60 mL圆底磨口蒸馏瓶中(平行做3份),加入20% HCl 20 mL,塞紧,沸水浴水解30 min,取出,冷水冷却,滴加甲基红指示剂一滴,用20% NaOH中和至微酸性($pH = 6 \sim 7$),转移到100 mL容量瓶中,用蒸馏水定容,混匀过滤,以下按实验方法显色测吸收度值,由回归方程计算总糖含量。结果见表2。

表1 无花果可溶性糖含量测定结果

样品	熟果	幼果	叶
含量(%)	54.32	24.40	15.45

表2 总糖及多糖含量测定结果

样品	熟果	青果	叶
总糖含量(%)	62.08	31.56	29.54
多糖含量(%)	8.76	7.16	14.09

2.3.3 回收率试验:精密称取熟果粉末0.25 g于蒸馏瓶中,加入1.0 mg葡萄糖,以下同总糖含量测定,结果回收率99.47%。

3 讨论

3.1 还原糖 o -T试剂显色生成绿色溶液,在630 nm处有最大吸收峰,但从吸收光谱可以看出,在325~500 nm之间有更大吸收峰,所以作者将溶液稀释,使吸收光谱放大(如图2所示),在325~500 nm之间为一群杂乱无章的吸收峰群,实际测定效果亦差。因此,本文选择了630 nm为测定波长。

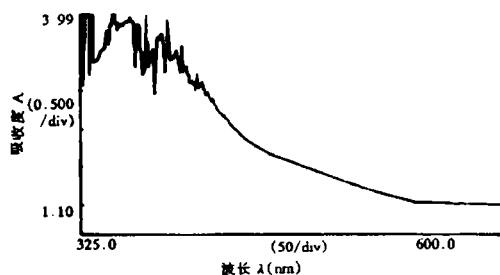


图2 葡萄糖与 o -T试剂的吸收光谱

3.2 葡萄糖与 o -T试剂沸水浴显色10 min时吸收度值最大,延长时间略有降低,但水解液与 o -T试剂沸水浴显色30 min吸收度值最大,由于无花果中不但含有葡萄糖,而且还含有其它一些还原糖,为了使实验方法与标准曲线中方法一致,本文选用显色30 min。

作者经实验表明葡萄糖与 *o*-T 试剂显色 30 min 所作的标准曲线求出的总糖含量与显色 10 min 相差无几,可以肯定,显色 30 min 对总糖测定无明显影响。

3.3 氧化亚铜法、Somogyi 法、间接碘量等测定总糖多需除蛋白^[5~7]再行测定,不仅操作繁琐,而且误差大,本实验方法不必沉淀蛋白质(作者作了对照实验),减少了操作误差,显色灵敏,操作简便。但在水解后调 pH 时,不能调成碱性,应稍偏酸性,实验证实,调成碱性(或再用 HCl 调成微酸性)都降低显色后溶液的吸光度,使测量结果偏低。

3.4 Vit C 是多种植物及果实中的重要营养成分,在碱性条件下具有较强的还原性^[8],常干扰碘量法、氧化亚铜法、Somogyi 法等总糖测定,使结果偏高,本法利用 *o*-T 试剂在强酸性环境中加热与糖类的醛基所发生的反应,不受 Vit C 的干扰,经作者证实样品含有 90 mg/100 g Vit C 不影响本实验,因此该法较前几种方法特异,准确。

3.5 多糖类化合物是多种中草药的有效成

分之一,某些多糖还具有抗癌、抗炎、抗病毒、提高免疫力等作用^[9],而多糖多无法直接测定^[6]。本法既能测定总糖,还可测定还原糖,二者之差即为多糖,这样可粗略估计中草药中多糖的含量,有利于制剂的质量评定。

3.6 从实验结果可以看出,无花果熟果糖量较高,幼果与叶中糖量无多大差别,其可溶性糖类的定性鉴别,有待进一步继续研究。

致谢:在本实验的研究过程中,得到了尹卫平博士的亲自指导,在此表示感谢。

参考文献

- 1 尹卫平,等.中国药物化学杂志,1997,7(1):46
- 2 尹卫平,等.中草药,1997,28(1):3
- 3 尹卫平,等.新乡医学院学报,1995,12(4):316
- 4 尹卫平,等.新乡医学院学报,1995,12(2):116
- 5 周采菊,等.中草药,1996,27(9):538
- 6 黄宗秀,等.中药材,1990,13(1):32
- 7 北京大学生物系.生物化学实验指导.北京:北京人民教育出版社,1982:3
- 8 阎福林主编.医用化学实验技术指导.成都:成都科技大学出版社,1998:3
- 9 中国科学院上海药物研究所编著.中草药有效成分提取与分离.上海:上海科学技术出版社,1983:7

(1998-12-15 收稿)

苍脂颗粒剂中补骨脂素的含量测定[△]

北京市中医研究所(100010) 何 薇* 曾祖平
北京中医医院药剂科 李卫敏

摘 要 采用单波长锯齿扫描法测定了苍脂颗粒剂中补骨脂素的含量。并进行了方法学考查,回收率为 96.76%,线性范围为 0.38~1.90 μg ,相关系数为 0.9996。

关键词 苍脂颗粒剂 薄层扫描法 补骨脂素 含量测定

苍脂颗粒剂是以北京中医医院消化科主任医师赵荣来大夫三十多年的临床经验处方为基方,经科学加工而成的中成药(已申报新药),由苍术、补骨脂、石斛、肉桂、厚朴、木香、

乌药、吴茱萸、干姜等药味组成,具有燥湿健脾补肾,增加胃动力的功效。我们以本品中的主药补骨脂中的有效成分补骨脂素为指标,监测药品的质量,实验方法如下:

* Address: He Wei, Beijing Institute of Traditional Chinese Medicine, Beijing

何 薇 1983 年毕业于北京联合大学中医药学院中药系,获学士学位。现为副主任药师,主要从事中药剂改研究以及中药新药的开发工作。曾参加多项市、局级科研课题和中药三类药及中药保健品的开发研究。发表论文 10 余篇。“中药祛斑增白面膜的研制及临床与实验研究”获北京市中医管理局科技成果一等奖。

[△]本课题为北京市科委新药开发基金资助项目