

系数,并用 10分制对其包括滴制成型性、外形、圆整度和硬度在内的外观质量评分,结果见表 2

表 1 正交试验因素水平表

	A	B	C	D
基质 PEG-6000 含量 (%) *	100	药液温度 (℃)	冷却剂温度 (℃)	滴 速 (滴 分)
1	100	80	10~ 12	50
2	80	90	14~ 16	60
3	60	100	18~ 20	70

注: * 外其余为 PEG-10000

表 2 正交试验安排及结果

序 号	因 素				指 标		
	A	B	C	D	丸重变异 系数 (%)	溶散时限 (min)	外观质量 (10分制)
1	1	1	1	1	3.96	7.62	7
2	1	2	2	2	4.32	7.21	8
3	1	3	3	3	6.23	6.54	7.5
4	2	1	2	3	5.42	9.68	7.5
5	2	2	3	1	3.85	9.25	9
6	2	3	1	2	4.63	10.34	8
7	3	1	3	2	4.25	12.42	9
8	3	2	1	3	6.44	11.98	8
9	3	3	2	1	5.24	13.08	8.5

2.3 结果分析^[2]: 滴丸的质量是不能仅用一个指标衡量的,本实验采用 3个评价指标进行数据处理,求得不同指标下各因素的极差 (R),或以指标均值为纵坐标,因素为横坐标,作指标因素关系图,从极差值 (R)的大小或图中点波动大小,可见各指标下影响因素的主次;若选用各因素不同水平下,滴丸丸重变异系数最小、溶散时限最短、外观质量分最高为最佳搭配,则 3个指标下可供选择的最佳工艺条件分别归纳于表 3中。

表 3 影响因素主次、最佳水平与工艺搭配

指 标	丸重变异系数	溶散时限	外观质量
因素主次	D> B> A> C	A> C、D> B	A> C> D> B
最佳工艺搭配	A ₂ B ₁ C ₃ D ₁ (D ₂)	A ₁ B ₂ C ₃ D ₃	A ₃ B ₂ C ₃ D ₂
基质 PEG-6000含量 (%)	80	100	60
滴制温度 (℃)	80	90	90
冷却剂温度 (℃)	18~ 20	18~ 20	18~ 20
滴速 (滴 分)	50	70	60

综合表 3各指标下最佳工艺搭配,选择两个或两个以上指标中均为较佳的工艺条件,得优选工艺为 A₂B₂C₃D₂,即基质中 PEG-6000含量为 80%、药液温度为 90℃、冷却温度为 10℃~ 20℃、滴速 60滴/分。按此最佳工艺条件重复制备 3批滴丸样品,考察指标丸重变异系数在 3.85%~ 4.62%,溶散时限在 9.5~ 11.2 min范围内,外观质量较好。该工艺条件的结果及重现性良好。

3 讨论

3.1 室温密闭放置 1年及 37℃密闭放置 3个月后,滴丸的外观无明显变化,丸重差异、溶散时限等检查均符合药典滴丸剂通则要求。

3.2 滴丸的成型性和质量受多种因素影响,因此,用正交试验法优选滴丸制备工艺时,难于用某一个指标来衡量。本文采用具量化指标的丸重变异系数与溶散时限,及对包括滴制成型性、外形和硬度在内的外观质量的评分等 3项指标评定工艺的优劣,结果更可靠合理。

参考文献:

[1] 曹春林. 中药药剂学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1986.
[2] 周怀梧,王 珍,倪永兴,等. 医药应用数理统计 [M]. 济南: 山东教育出版社, 1986.

藏药蕨麻中多糖的含量测定研究

杨 桦¹,贾 旭²,易 红¹

(1. 中国中医研究院中药研究所,北京 100700; 2. 中国药科大学,江苏 南京 210009)

摘 要:目的 测定藏药蕨麻中多糖含量。方法 采用苯酚-硫酸法测定。结果 蕨麻中多糖含量为 11.083%。结论 蕨麻中多糖含量较高,可能为其活性成分之一。

关键词: 蕨麻; 鹅绒委陵菜; 多糖; 苯酚-硫酸法

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253- 2670(2001)01- 0029- 03

收稿日期: 1999-12-17
基金项目: 国家中医药管理局资助课题
作者简介: 杨 桦 (1956-),女,1982年毕业于北京中医药大学,获医学学士学位。毕业后在中国中医研究院中药研究所从事中药新剂型的研究工作和中药新药开发研究。现任剂型研究室副主任,副研究员。
* 中国药科大学 99级毕业生

Determination of polysaccharide in root of Tibetan medicine *Potentilla anserina*

YANG Hua¹, JIA Xu², YI Hong¹

(1. Institute of Chinese Materia Medica, Chinese Academy of TCM, Beijing 100700, China; 2. China Pharmaceutical University, Nanjing Jiangsu 210009, China)

Key words root of *Potentilla anserina* L; *Potentilla anserina* L; polysaccharide; phenol-sulfuric acid method

蕨麻为蔷薇科委陵菜属植物鹅绒委陵菜 *Potentilla anserina* L. 的根,为藏医常用药,又名戳玛、卓老洒曾、延寿果和仙人果等,是藏民四季常用的传统滋补品。据文献记载,蕨麻中含有鞣质、糖类、蛋白质、脂肪酸及委陵菜苷等化学成分,药理实验结果提示该药具有提高机体免疫力、抗疲劳、耐缺氧和止泻抑菌的作用,因此推测蕨麻多糖应为蕨麻的活性成分之一。有关蕨麻中的多糖含量至今未见有文献报道,本文采用苯酚-硫酸法对蕨麻所含多糖的含量进行测定。

1 仪器与试药

岛津 UV-3000可见紫外分光光度计;葡萄糖标准品;试剂:浓硫酸为优级纯,其它为分析纯;活性炭(药用);蕨麻药材由本所黄璐琦研究员鉴定为 *Potentilla anserina* L. 的根。

2 实验部分

2.1 蕨麻多糖的提取与精制:称取已干燥的蕨麻粗粉 90 g,置索氏提取器中,加入石油醚(60℃~90℃)250 mL,90℃回流提取 1 h脱脂。药粉挥干溶媒后,加入 80%乙醇 90℃回流提取 2次,每次 1.5 h,离心,取出药渣,挥干溶媒。将药渣加水,水浴温浸提取 2次,每次 1.5 h,离心,合并上清液。上清液用氯仿轻摇萃取多次,静置,分出氯仿层,除去蛋白质。水液中再加入活性炭,回流 1 h脱色。放冷后滤过,滤液中加入乙醇,使含醇量达 80%,放置过夜。过滤出沉淀,依次用 95%乙醇、无水乙醇、丙酮、乙醚反复冲洗多次,60℃烘干至恒重,计算得率,备用。结果见表 1。

表 1 蕨麻多糖的提取与精制

项目	1	2
样品重(g)	90.00	91.49
多糖干粉重(g)	2.27	2.27
得率(%)	2.52	2.48

2.2 标准曲线的制备

2.2.1 标准溶液的配制:精密称取 105℃干燥至恒重的葡萄糖标准品 100.1 mg,置 100 mL容量瓶中,加蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀。

2.2.2 苯酚液的配制:取苯酚 100 g,加铝片 0.1 g

和碳酸氢钠 0.05 g,常压蒸馏,收集 182℃馏分。精密称取该馏分 15.0029 g,置于 250 mL容量瓶中,加蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀后滤过至棕色试剂瓶中,放冰箱备用。

2.2.3 标准曲线的绘制:精密吸取标准品溶液 0.8,1.0,1.2,1.4,1.6,1.8,2.0 mL,分置于 50 mL容量瓶中,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取 2.0 mL于 10 mL带塞试管中,另取 2.0 mL蒸馏水作空白对照。各管再加入 1.0 mL苯酚溶液,混匀,迅速加入浓 H₂SO₄ 5.0 mL,摇匀后放置 5 min,置沸水浴中加热 15 min,取出置冷水中冷却后,于 490 nm处测定吸光度。经过计算得回归方程: $C = 0.6035A + 0.00142$, $r = 0.9992$ 。

2.3 换算因素的测定:精密称取 60℃干燥至恒重的蕨麻多糖 35 mg,置 100 mL容量瓶中,加蒸馏水溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取此液 5.0 mL,置 50 mL容量瓶中,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀作贮备液。精密吸取贮备液 2.0 mL,同标准曲线项下方法测定吸光度,从回归方程中求出多糖供试液中葡萄糖浓度,按下式计算,测得 $f = 2.01$ 。

换算因素 $f = W / (C \cdot D)$

式中:W为多糖的重量(mg);C为多糖稀液中葡萄糖浓度(mg/mL);D为多糖的稀释因素。

2.4 样品溶液的制备:精密称取蕨麻粗粉 0.1 g,加入 100 mL 80%乙醇,90℃回流提取 1 h,趁热过滤,药渣用 80%热乙醇洗涤(10 mL×3)后,挥干溶剂。药渣连同滤纸置烧瓶中,加蒸馏水 100 mL沸水浸提取 1 h,趁热过滤,药渣用热水洗涤(10 mL×4),合并滤液于 250 mL容量瓶中,以蒸馏水定容至刻度,摇匀备用。

2.5 样品含量测定:精密吸取样品溶液 2.0 mL,于 10 mL带塞试管中,照标准曲线项下的方法操作,测定供试液中葡萄糖的含量,按下式计算样品中多糖的含量,结果见表 2。

多糖含量(%) = $C \cdot D \cdot f / W \times 100$

式中:C为供试液中葡萄糖浓度(mg/mL);D为供试液的稀释因素;f为换算因素;W为供试品重量(mg)。

2.6 重现性试验:分别精密吸取样品溶液 5.0 mL,

表 2 样品多糖含量测定结果

项目	1	2	3
W (mg)	100.0	100.6	100.9
C (mg/mL)	0.0218	0.0223	0.0224
含量 (%)	10.95	11.14	11.16
平均含量 (%)		11.083	
RSD (%)		1.046	

5份,置 50 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。精密吸取每份溶液 2.0 mL,同标准曲线方法操作,测定吸光度,结果为 0.369, $RSD=0.75\%$ ($n=5$)。

2.7 稳定性实验: 取样品溶液,按样品测定方法操作,每隔 0.5 h测定 1次吸光度。结果表明,在波长不变的情况下,2 h内测定值不变。结果见表 3。

表 3 稳定性试验结果

t (h)	0	0.5	1	1.5	2
A	0.376	0.377	0.376	0.376	0.376

2.8 加样回收率测定: 精密称取样品粉末 0.1 g,精制蕨麻多糖 10 mg,置同一烧瓶中,按样品液制备与含量测定方法操作。计算回收率,结果得平均回收率

为 97.74%, RSD 为 1.04% ($n=3$,已乘换算因素)。

3 讨论与小结

本实验测定方法的原理是先用 80% 乙醇提取以除去单糖、低聚糖、苷类及其他干扰性成分,再用水提取多糖类成分。多糖类在硫酸的作用下,先水解成单糖分子,并迅速脱水生成糖醛衍生物,然后和苯酚合成有色化合物,以比色法测定其含量。结果表明,蕨麻中多糖含量为 11.083%。由于蕨麻中含淀粉较多,水提液浓度不宜过高,以免冷却后成冻状。萃取时药液易乳化,振摇时应避免用力。

参考文献:

- [1] 董立莎,冯英,冷冷,等. 黔产党参多糖的含量测定[J]. 中国中药杂志, 1995, 20(6): 329-330.
- [2] 李满飞,徐国钧,平田义正,等. 中药石斛类多糖的含量测定[J]. 中草药, 1990, 21(10): 10-12.
- [3] 钟方晓,彭广芳,李贵海. 山东太子参多糖含量对质量的影响[J]. 中草药, 1997, 28(7): 428-430.
- [4] 李俐,堵年生,韩爱玲. 肉苁蓉多糖的提取及含量测定[J]. 中国中药杂志, 1997, 增刊: 163-164.
- [5] 林颖,吴毓敏,吴雯,等. 天然产物中的糖含量测定方法正确性的研究[J]. 天然产物研究与开发, 1996, 8(3): 5-9.

伊贝母不同组织培养物中总生物碱和西贝母碱含量比较

翟西峰¹,李大龙²,冯永辉¹,孙文基²

(1. 陕西医学高等专科学校,陕西 西安 710068; 2. 西北大学,陕西 西安 710069)

摘要: 目的 测定伊贝母外植体培养获得的愈伤组织和芽中总生物碱和西贝母碱的含量。方法 采用酸性染料比色法和薄层扫描法分别测定。结果 在 MS N₆ ER培养基中生长 22 d,芽中两者含量明显高于愈伤组织。结论 两者之间有显著差异 ($P < 0.01$),其中 ER培养基中两者含量最高。

关键词: 伊贝母;组织培养;西贝母碱

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)01-0031-03

Comparison of content between total alkaloid and sipeimine in tissue culture of bulb of *Fritillaria pallidiflora*

ZHAI Xi-feng¹, LI Da-long², FENG Yong-hui¹, SUN Wen-ji²

(1. Shanxi Junior College of Medicine, Xi'an Shanxi 710068, China; 2. Northwest University, Xi'an Shanxi 710069, China)

Key words bulb of *Fritillaria pallidiflora* Schrenk; tissue culture; sipeimine

伊犁贝母 *Fritillaria pallidiflora* Schrenk 是名贵药材伊贝母的主要植物来源之一,有清肺、化痰和散结之功效,为止咳化痰之要药。伊犁贝母产于新疆北部(伊宁、绥定和霍城等地),生于海拔 1 300~

1 700 m 的林下或草坡中^[1]。由于长期过度采挖,资源日趋减少并面临枯竭;伊贝母人工种植耗种量大,生长周期长,产量低,因而药源紧缺。

组织培养可望作为开发名贵中药材资源的一种

收稿日期: 2000-01-24

作者简介: 翟西峰(1962-),男,陕西蓝田人,学士,讲师,1984年毕业于西安医学院药理学系(现为西安交大药学院)。1984年至今在陕西医学高等专科学校药系任教,先后从事了“生药学”、“药剂学”等课程的教学工作,近年来在省级以上学术刊物发表论著 7 篇,现主要从事中、西药剂制备工艺、质量标准及中药现代化方面研究。