

的黄酮含量差异具有显著性($P < 0.001$)。

3 讨论

植物药的细胞壁是由纤维素构成,植物的有效成分往往被包裹在细胞壁内。纤维素由 βD -葡萄糖以 1,4- β 葡萄糖苷键连结,用纤维素酶酶解可以破坏 βD -葡萄糖键,使细胞壁破坏。实验中经过纤维素酶处理后再进行水回流提取,总黄酮含量比直接水提提高 23.5%,这可能是由于纤维素酶可充分破坏竹叶以纤维素为主的细胞结构。

植物中总黄酮的含量测定方法大多是采用提取液直接经显色反应后测定吸光度,然后计算含量。本实验对竹叶总黄酮的含量测定方法做了改进,提取液经过聚酰胺树脂纯化后再显色测定。提取液经过

聚酰胺柱,水洗可以去除极性大的杂质,如糖类、多酚类等,使显色反应干扰减小,从而使测得的总黄酮含量准确度提高。

References

- [1] Zhang Y. Studies on antioxidative fraction in bamboo leaves and its capacity to scavenge active oxygen radicals [J]. *J Bamboo Res* (竹子研究汇刊), 1996, 15(3): 17-24.
- [2] Zhang Y, Wu X Q, Yu Z Y. Comparison study on total flavonoid content and anti free radical active of the leaves of bamboo, *Phyllostachys nigra*, and *Ginkgo biloba* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2002, 27(4): 254-257.
- [3] Xing X F, Ma J Y, Yu H F, et al. Application of cellulase in extraction of total flavonoid of *Radix Puerariae* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32(1): 37-38.
- [4] Ma T T. Primary study of cellulase applied in Chinese drugs' extraction [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1994, 25(3): 123.

灵芝、香菇、黄芪、枸杞提取物中多糖的含量测定

张立,马琼,何永利,张朋涛*

(西安高科实业股份有限公司天诚医药生物工程分公司,陕西 西安 710075)

研究发现许多药用植物及真菌的多糖成分具有独特的生物活性:香菇多糖有抗肿瘤作用,灵芝多糖有调血糖和抗衰老的作用,枸杞多糖能提高机体免疫力并能抗衰老,黄芪多糖有双向调节血糖的作用。苯酚-硫酸法是比较经典的多糖含量测定方法,本实验优化了显色条件,统一了样品处理条件,同时测定了灵芝、香菇、黄芪、枸杞提取物中多糖含量,得到了稳定的检测结果。

1 仪器与试剂

UV—2101PC 紫外-可见分光光度计(日本岛津),KQ—250 超声波清洗仪(昆山淀山湖仪器厂)。

葡萄糖等为分析纯,水为蒸馏水,灵芝、香菇、黄芪、枸杞提取物由本公司提供。

2 方法与结果

2.1 标准曲线制备:精密称取 105 干燥至恒重的葡萄糖对照品约 50 mg 于 50 mL 量瓶中,加水溶解并加至刻度。分别精密移取该溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 于 50 mL 量瓶中,加水稀释并加至刻度。各取 1.0 mL 于 25 mL 具塞刻度试管中,分别加入 5% 苯酚溶液 1.0 mL,摇匀,加入 5.0 mL 浓硫酸(加入浓硫酸时,勿沿壁加入,应将移液管口悬于试管口,使浓硫酸垂直冲入液面),立即摇匀。沸水浴加

热 10 min,冰水浴冷却,放至室温,以蒸馏水同法做空白参比,在 485 nm 处测吸光度(A)。以 A 为横坐标,浓度为纵坐标,绘制标准曲线,得线性方程 $Y = 94.9X$, $r = 0.9988$ 。线性范围:20~120 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取提取物约 200 mg,置 100 mL 量瓶中。按 200 mg 加入 100 mL 的比例,计算并加入 80% 乙醇溶液,超声振荡 2 h。放置至室温,滤过,弃去滤液,用 80% 乙醇溶液洗涤残渣 3 次。将残渣连同滤纸一同移入原 100 mL 量瓶中,加入沸水共约 80 mL,超声振荡 1 h,放置至室温定容,摇匀,滤过,取续滤液 5.0 mL 于 50 mL 量瓶中(适于含量 10%~60% 的样品,对于含量过低或过高样品,应适当改变移取体积),加水定容,即得。

2.3 精密度试验:分别精密吸取 4 种供试品溶液 1.0 mL 于 25 mL 具塞试管中,依 2.1 项下方法显色,测定 A 值,求得其 RSD 分别为 0.78%, 0.54%, 1.03%, 0.62% ($n = 5$)。

2.4 显色稳定性:将 4 种供试品溶液完成显色后,2 h 内连续测定,得其 A 值为一定值不变。

2.5 重现性试验:取 4 品种供试品,分别精密称取 5 份,制备供试品溶液并测定多糖含量,结果灵芝、香菇、黄芪、枸杞多糖的含量分别为 13.87%,

* 收稿日期:2003-04-08

33.41%, 15.96%, 5.00%, RSD 分别为 0.91%, 1.85%, 0.43%, 1.22% ($n=5$)。

2.6 回收率试验: 取已知含量的 4 种供试品溶液, 分别加入一定量的葡萄糖对照品溶液, 混匀后取 1.0 mL 于 25 mL 具塞试管中, 依 2.1 项下方法显色, 测定吸光度, 计算回收率。结果灵芝、香菇、黄芪、枸杞的平均回收率及其 RSD 分别为 100.6%, 1.36% ($n=5$); 101.1%, 2.13% ($n=4$); 99.56%, 2.47 ($n=5$); 102.8%, 2.01% ($n=5$)。

2.7 样品的测定: 按上述 2.1, 2.2 项下方法操作, 测定了 8 批样品中的多糖, 结果见表 1。

表 1 提取物中多糖含量测定结果 ($n=3$)

Table 1 Polysaccharide in extracts ($n=3$)

样 品	多糖含量/%	RSD/%
灵芝 01	13.06	0.65
02	12.33	1.21
枸杞 01	5.42	0.77
02	5.66	0.45
黄芪 01	18.44	1.15
02	20.36	0.86
香菇 01	40.67	1.05
02	35.25	1.01

3 讨论

3.1 检测波长的选择^[1,2]: 取反应溶液, 以蒸馏水同法做空白, 在 300~700 nm 做吸光度扫描, 得其最大吸收波长为 485 nm。

3.2 水浴条件选择: 取对照品溶液与供试品溶液做不同水浴时间及水浴方式的实验, 结果表明水浴时间及方式对反应影响不大。

3.3 浓硫酸加入方式的选择: 试验发现, 加入浓硫

酸的操作方法是影响显色结果的主要因素。常规试剂加入方法引起显色结果不平行。采取“移液管悬空, 垂直加入浓硫酸, 立即摇匀”的方式和“缓慢沿壁加入浓硫酸, 分层, 静置一定时间后摇匀”的加入方式, 都能得到稳定的显色结果。但是不同操作方法显色结果不同。灵芝、枸杞、黄芪、香菇样品与葡萄糖对照品都在“垂直加入浓硫酸, 立即摇匀”的操作条件下显色反应最充分。故选择该操作步骤为实验条件。

3.4 对照品的选择^[3]: 本实验对灵芝、枸杞、黄芪、香菇多糖样品和葡萄糖、果糖对照品都做了不同浓硫酸加入方式的实验。结果发现, 灵芝、枸杞、黄芪、香菇样品和葡萄糖对照品现象一致, 所以选择葡萄糖做为检测灵芝、枸杞、黄芪和香菇样品的对照品。

3.5 供试品溶液制备条件的选择: 采用 80% 乙醇超声除去样品中的单糖, 则方法平行性差。通过实验, 确定了“根据实际称样量按比例加入 80% 乙醇, 超声振荡 2 h”的条件, 得到了稳定的检测结果。

3.6 灵芝、香菇、黄芪、枸杞提取物是组成较复杂的粗多糖产品, 本方法以葡萄糖做对照, 检测结果以葡萄糖计, 得到稳定的检测结果。

References

- [1] Dong Q, Zheng L Y, Fang J N. Modified phenol-sulfuric acid method for determination of the content of oligo- and polysaccharides [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 1996, 31(9): 550-553.
- [2] Yu C, Ding G Q, Yu S, et al. The method research of lentinan determination [J]. *China Public Health* (中国公共卫生), 2000, 16(3): 245-246.
- [3] Lin Y, Wu Y M, Wu W, et al. The accuracy research of determination of sugars in natural products [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 1996, 8(3): 5-7.

女宝胶囊的显微特征与薄层色谱鉴别

王勋久, 王益平*

(重庆市万州区药品检验所, 重庆 404000)

女宝胶囊质量标准收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第五册。处方由人参、川芎、鹿胎粉、银柴胡、牡丹皮、阿胶、龟甲、鳖甲、白芍、肉桂、白术、泽泻、杜仲、荆芥穗、鹿茸等 45 味中药组成, 标准中只有工艺制法及检查项。本实验采用显微观察, 对荆芥穗、白芍、人参、杜仲、泽泻、白术、

肉桂、鹿茸 8 味药进行显微鉴别, 采用薄层色谱法对方中的人参、白芍、白术贵重药进行定性鉴定。

1 材料与试剂

女宝胶囊由吉林省四平市好得快药业有限公司生产, 批号 20020801; 对照品、对照药材均由中国药品生物制品检定所提供; 硅胶 G (青岛海洋化工厂生