

linearifolia 的叶子中分离得到 而 *Nerisyrenia* Greene 属在我国不入药,因此可以得出结论:槲皮素-3- $O\beta$ -D-吡喃葡萄糖基-7- $O\beta$ -D-龙胆双糖苷具有较好的专属性。

3.2 该薄层色谱条件是以 1 号和 23 号南葶苈子药材为标准生药结合对照品研究确定的,然后通过大量商品南葶苈子药材和北葶苈子以及葶苈子常见的混淆品的检测,证明了该方法的专属性、重现性和可行性。

3.3 通过对全国各地葶苈子药材的收集可以看出,目前南葶苈子为葶苈子的主流商品,因此选用南葶苈子为研究对象具有实际应用价值。

3.4 通过本实验中的薄层鉴别结果来看,南葶苈子和北葶苈子在黄酮成分上存在着较大差异。建议《中华人民共和国药典》将南、北葶苈子分开收载。

3.5 采用自制对照品槲皮素-3- $O\beta$ -D-吡喃葡萄糖基-7- $O\beta$ -D-龙胆双糖苷为定性对照品,建立了药材

南葶苈子薄层色谱鉴别法,该方法简便、准确、可靠,为新版《中华人民共和国药典》制订南葶苈子定性质量标准提供了参考资料。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I. 2000.
- [2] Lou Z Q, Qin B. *The studies on species and quality of common Chinese material medicine* (常用中药材品种整理和质量研究) [M]. Vol 3. Beijing: The Union Publishing House of Beijing Medical University and Peking Union Medical College, 1996.
- [3] The Shanghai Academy of Medical Industry. *Antibiotic, expectorant and antiasthmatic (a collection of drugs. The third volume) IV. Chinese traditional and herbal drugs for prophylactic therapeutic trachitis* (镇咳、祛痰、平喘药物 (药品集,第三分册) IV. 防治气管炎中草药) [M]. Shanghai: The Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1979.
- [4] Liu S P, Chen S M, Zhu W D. Advance in research on the bioactivities of quercetin and its derivatives [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1991, 22(4): 182-184.
- [5] Bacon J, Mabry T. Flavonol glycosides of *Nerisyrenia* (Cruciferae) [J]. *Phytochemistry*, 1976, 15: 1087-1088.

吸附树脂-库仑滴定法测定盾叶薯蓣中总皂苷的含量

聂 纯,陆 阳*

(上海第二医科大学,上海 200021)

盾叶薯蓣 *Dioscorea zingiberensis* C. H. Wright 为薯蓣科薯蓣属多年生藤本植物,俗称黄姜,以根状茎入药,是我国传统常用中药材,主治胃气痛、跌打损伤、痈肿早期未破溃、蜂螫虫咬,同时具有治疗皮肤急性化脓性感染、软组织损伤、调血脂等功效,也有降低胆固醇、抗炎、抗肿瘤等药理作用^[1]。国内对于薯蓣皂苷元的含量测定报道很多,但是总皂苷的含量测定尚无文献报道。笔者用吸附树脂富集纯化总皂苷然后用库仑滴定法测定含量,该方法快速简便,重现性好。

1 仪器与试剂

库仑滴定仪 OW-7805(中国医学科学院药物研究所),磁力搅拌器 81-2(上海司乐仪器有限公司),分析天平 METTLER TOLEDO(梅特勒-托利多仪器有限公司)。

ADS-7 和 AB-8(购自天津南开和成科技有限公司),D101树脂(购自天津市海光化工有限公司),盾叶薯蓣 *Dioscorea zingiberensis* C. H. Wright(产地:

江西新干县,当地药材公司鉴定),薯蓣皂苷对照品(西北大学生命科学院提供,纯度 98%)。试剂:溴化钾、95%乙醇、甲醇、冰醋酸等均为分析纯;实验用水为二次蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 吸附树脂的预处理: ADS-7 吸附树脂使用前先用丙酮、甲醇浸泡,加热回流,以除去未聚合单体与致孔剂等。检查:取干树脂 0.5 g,加 95%乙醇 5 mL 振摇,滤液蒸干不得有残留物。

2.2 净化柱:树脂以水浸泡膨胀后倒入小玻璃柱内,等树脂沉降,覆盖少许脱脂棉,轻压,用蒸馏水冲洗并用水浸没备用。

2.3 洗脱液的选择:取盾叶薯蓣供试品溶液适量加入净化柱,用蒸馏水 10 mL 洗去糖与无机盐等水溶性杂质,弃去水洗液,随即用与水相混溶的有机溶剂洗脱皂苷,比较了 70%、95%乙醇与甲醇 3 种溶剂,结果 95%乙醇或者甲醇均可将皂苷洗尽。因甲醇用量少,更加利于皂苷的洗脱,故选用了甲醇为皂苷洗

脱液。洗脱液分部收集,每份 5 mL,按样品含量测定方法测定各流份皂苷含量。结果共收集流份 10份。第 2份开始有皂苷流出,从第 2~ 6份皂苷含量依次为 12.19、6.82、2.21、0.52、0.19 mg。从第 7份开始无皂苷检出。

2.4 库仑滴定测定方法^[2]:在 H型电解池的阳极区注入电解液约 10 mL,在阴极区加同一电解液至两边液面相等,选择适当电流(1 mA),先进行预电解(即空白滴定),然后在阳极区注入一定浓度的样品溶液 100 μ L,进行电解,达终点的同时,记录电解时间,由下式计算含量:

含量 = $(i \cdot t \cdot M) / (n \cdot F \cdot W) \times 100\%$ 式中 i : 电解电流 (mA), t : 电解时间 (s), M : 相对分子质量 (薯蓣皂苷 868), n : 反应电子数 2, F : 法拉第常数 (96500), W : 注入电解池中的样品量 (mg)。

2.5 样品分析:称取薯蓣粉(40目)2.5 g置 100 mL具塞三角瓶内,加入甲醇 50 mL,摇匀,室温冷浸 48 h,不时振摇 10 min,滤过,滤液用甲醇定容至 50 mL,摇匀。精密吸取滤液 10 mL,水浴浓缩至约 1 mL,加入净化柱,待液面降至棉花层,逐毫升加入蒸馏水共 10 mL洗脱(体积流量 0.4 mL/min),弃去水液,继用甲醇洗脱,收集甲醇洗脱液 25 mL,水浴蒸干,残渣用甲醇分次溶入 5 mL容量瓶中,定容,摇匀。精密吸取 100 μ L,用库仑滴定仪测定。

2.6 精密度试验:用同一样品测定 6次, RSD为 1.03%。

2.7 重现性试验:同一批样品取 5份测定,结果含量测定值平均值为 4.40%, RSD为 1.12%。

2.8 加样回收率试验:精密称取已知皂苷含量为 4.40%的盾叶薯蓣粉(40目)样品 5份。分别加入一

定量薯蓣皂苷对照品,按照样品分析项下测定总皂苷含量。平均回收率 99.66%, RSD= 1.86%。

2.9 含量测定:按 2.4和 2.5方法,测定 5批,结果总皂苷质量分数分别为 4.38%、4.43%、4.33%、4.46%、4.40%。

3 讨论

3.1 盾叶薯蓣中除皂苷外,还含有较多的糖、蛋白质等杂质,影响皂苷的测定,从样品中除尽又比较困难。笔者筛选了 ADS-7、AB-8、D101多种不同型号的大孔吸附树脂净化样品,结果找到了 ADS-7型树脂处理样品效果很好,不仅吸附快,解吸也快,对皂苷的吸附具有很好的选择性。

3.2 库仑滴定法基本原理的依据是法拉第电解定律。根据薯蓣皂苷分子结构上有一双键,易与一分子溴发生加成反应这一特点,可选用含溴化钾的酸性溶液为电解液,在阳极上与溴发生反应,待反应完成后,根据双指示电极上的电流变化以永停法来指示终点,并由所消耗的电量计算其含量。该法准确灵敏,不需配制标准溶液或使用基准物质省却了费时的洗涤、干燥、称量等步骤,并且能测定微量、痕量组份。笔者以样品总皂苷中主要成分薯蓣皂苷的分子量计算皂苷的含量,结果准确可靠,方法简便。

3.3 净化柱用后应充分淋洗,并将柱中树脂浸泡在水中保存。这样净化柱可重复使用,颇为方便。

References

- [1] DING Y. Natural steroidal saponins an exploitable field in new drug development [J]. *Chin New Drugs J* (中国新药杂志), 2000, 9(8): 521-524.
- [2] Xu L X, Liu A R. Studies on the method of the analysis of sapogenin III. coulometric titration of diosgenin [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1981, 16(1): 39-43.

(上接第 1285页)

References

- [1] Ding T, Xu H B. Study on Shuxintiegao as a percutaneous penetration enhancer [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 2002, 8(2): 61-62.
- [2] Chen Q. *Methodology in Pharmacological Study on Chinese Materia Medica* (中药药理研究方法学) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1994.
- [3] Xu S Y, Bian R L, Chen X. *Methodology in Pharmacological Experiment* (药理实验方法学) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1994.
- [4] Li Y K. *Methodology in Pharmacological Experiment of Chinese Materia Medica* (中药药理实验方法学) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1991.
- [5] Zhang L J, Wen F C, Ding T. Influence of Shuxintiegao on blood flow and oxygen metabolism of anesthetic thioacopen-ing dog [J]. *Chin New Med* (中华新医学), 2003, 4(19): 1737-1738.
- [6] Liu W W, Ji G Y, Zhao L J. Protective effect of L-amlodipine on dog with experimental myocardial infarction [J]. *J Jilin Univ- Med Ed* (吉林大学学报·医学版), 2003, 29(1): 69-71.