

荨麻根提取物中多糖的测定

朱永宁, 杨爱岗, 刘菁琰, 李帆, 冯宝民, 王永奇*

(大连大学药物研究所, 辽宁 大连 116622)

在德国、瑞士和美国等欧美国家, 异株荨麻被广泛用来治疗良性前列腺增生, 而荨麻科植物在我国也是常用的民间药和民族药^[1]。本课题组在对荨麻科植物资源分布进行调查的基础上, 采集了 7 种荨麻科植物, 以丙酸睾丸素引发的前列腺增生大鼠为药理模型进行了体内活性筛选, 结果发现裂叶荨麻和滇藏荨麻根的稀醇提取物对去势大鼠前列腺腹侧叶和背侧叶的增生具有显著的抑制作用^[2]。其多糖成分是治疗前列腺肥大的主要活性成分之一^[3,4], 基于此, 本实验对荨麻和滇藏荨麻根提取物中多糖进行了测定。

1 仪器、试剂和材料

UV-7230G 型可见光分光光度计, 5%重蒸苯酚溶液(使用前配制), 其他试剂均为国产分析纯。荨麻采自四川省金川县, 滇藏荨麻采自四川省盐源县, 由辽宁师范大学陈辰教授鉴定分别为荨麻科荨麻属裂叶荨麻 *Urtica fissa* E. Pritz 和滇藏荨麻 *U. mairei* Lévl.

2 方法和结果

2.1 提取物的制备: 将样品粉碎成 0.5 cm 的小段, 先用石油醚冷浸 3 次, 每次 24 h, 将用 95%乙醇加热回流提取 3 次, 每次 2 h, 再将剩余残渣用稀醇溶液加热回流提取 3 次, 每次 2 h, 将提取液合并减压浓缩得到提取物。提取物为多糖, 经药理实验证明具有抑制前列腺增生的作用。

2.2 对照品溶液的制备: 将葡萄糖对照品在 105℃ 下干燥至恒重, 精密称取 50.0 mg, 置于 250 mL 量瓶中, 加蒸馏水至刻度。吸取 5 mL 于 25 mL 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 得 0.04 mg/mL 溶液, 贮藏备用。

2.3 反应条件的选择^[5]: 取 5 份葡萄糖对照品溶液, 每份 1.0 mL, 分别加入苯酚溶液 2.0 mL 和浓硫酸 5.0 mL, 在 20~100℃ 水浴反应 30 min, 于 200~600 nm 波长扫描, 结果最大吸收波长为 490

nm, 且在 60℃ 水浴以上, 吸光度值趋于稳定。取葡萄糖对照品溶液 1.0 mL, 加入苯酚溶液 0.5~4.0 mL, 加入浓硫酸 5.0 mL, 于 490 nm 测定吸光度值, 当苯酚溶液的用量在 2.0 mL 以上时, 吸光度值趋于稳定。精密移取葡萄糖对照品溶液 1.0 mL, 加入苯酚溶液 2.0 mL, 加入浓硫酸 2.5~6.5 mL, 当浓硫酸用量在 4.0 mL 以上时, 吸光度值趋于稳定。因此显色反应的最佳条件为: 1.0 mL 葡萄糖对照品溶液, 加入 5%苯酚溶液 2.0 mL, 浓硫酸 4.0 mL, 60℃ 水浴中反应 30 min, 在 490 nm 处测定吸光度值。

2.4 标准曲线的绘制: 分别取 0.04 mg/mL 葡萄糖对照品溶液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 于 10 mL 试管中, 不足 1.0 mL 的用蒸馏水补齐, 向试管中分别加入苯酚溶液 2 mL 和浓硫酸 4 mL, 静置 5 min, 然后于 60℃ 水浴上放置 30 min, 于 490 nm 波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 质量浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $A = 0.0028C + 0.0099$, $r = 0.9997$, 线性范围: 8.0~40.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.5 回收率试验: 于 10 mL 试管中加入 0.2 mL 待测溶液(含多糖 0.0234 mg)和 0.2 mL 0.04 mg/mL 葡萄糖对照品溶液, 然后用水补足 1.0 mL, 以最佳反应条件处理, 于 490 nm 波长处测定吸光度, 代入回归方程计算, 结果平均回收率为 101.80%, RSD 为 1.83% ($n=6$)。

2.6 样品的测定: 精确称取适量荨麻根提取物冻干粉各 3 份, 蒸馏水溶解, 4 000 r/min 离心 5 min, 上清液定容于 250 mL 量瓶, 每份样品平行做 6 组, 在 490 nm 处测定吸光度, 代入回归方程计算多糖的质量分数, 结果见表 1。

3 讨论

硫酸-苯酚法测定多糖的重现性好, 灵敏度高, 是一种简便, 准确测定荨麻多糖的方法。结果显示荨麻根提取物中多糖量大于 20%。对于荨麻多糖的结构测定以及其抑制前列腺增生的作用机制正在进一

表 1 荨麻根提取物中多糖的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of polysaccharides in extracts of *Radix Urticae* roots ($n=3$)

样 品	多糖/%	RSD/%
裂叶荨麻	37.94	0.73
滇藏荨麻	20.63	0.71

步的研究中。

References:

[1] Wang M Y, Wei Y F. The investigation of officinal *Urtica* plants in folk [J]. *Chin J Ethnomed Ethnopharm* (中国民族民间医药杂志), 2001(6): 345-346.

[2] Wang Y Q, Feng B M. Review on the research of BPH treatment by *Urtica* plant [J]. *J Dalian Univ* (大连大学学报) 2005, 26(2): 54-57.
 [3] Linus J J, Muth C. The inhibiting effects of *Urtica dioica* root extracts on experimentally induced prostatic hyperplasia in mouse [J]. *Planta Med*, 1997, 63: 307-310.
 [4] Linus J J, Lens C, Lindemann P, et al. Antiproliferative effect of a polysaccharide fraction of 20% methanolic extract of stinging nettle roots upon epithelial cell of the human prostate (LNCaP) [J]. *Pharmazie*, 1999, 54(10): 768-771.
 [5] Wei Y F, Wang M Y. Extraction and determination of polysaccharides in *Urtica fissa* E. Pritz [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药科学杂志), 2001, 16(6): 469-470.

HPLC 法测定心可舒胶囊和心可舒片中丹酚酸 B

魏惠珍¹, 黄周华¹, 崔金国², 黎 莉², 饶 毅^{1,2*}, 杨世林¹

(1. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006; 2. 江西中医学院, 江西 南昌 330006)

心可舒制剂处方由山楂、丹参、葛根、三七、木香组成, 具有活血化瘀、行气止痛的功效, 用于气滞血瘀型冠心病引起的胸闷、心绞痛、高血压、头晕、头痛、颈项疼痛及心律失常、高血脂等症。心可舒胶囊和片剂分别被收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15、16 册, 但在其质量标准中均无定量测定项目。丹参是本处方中主药, 其活性成分丹酚酸 B 为主要的治疗心血管疾病的活性成分, 因此本实验参考《中国药典》2005 年版一部丹参药材项下丹酚酸 B 的测定方法对心可舒胶囊和片剂中的丹酚酸 B 进行测定, 结果准确, 方法专属性强, 精密度高, 重现性好, 能更好地控制其质量。

1 仪器、试剂和药品

日本岛津 LC-10ATVP 高效液相色谱仪, SPD-M10AVP 检测器, CLASS-VP 色谱工作站。

乙腈为色谱纯, 甲醇、磷酸为分析纯, 水为超纯水, 丹酚酸 B 对照品(批号 111562-200302, 供定量测定用)由中国药品生物制品检定所提供, 心可舒胶囊由山西德元堂药业有限公司提供, 心可舒片由山东沃华医药科技股份有限公司提供。

2 方法和结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Shimadzu Shim-pack Vp-ODS(250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.1%磷酸(24: 76); 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μ L; 检测波长: 286 nm。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取丹酚酸 B 对照品适量, 加 75% 甲醇制成 0.154 mg/mL 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取心可舒胶囊、心可舒片各 20 粒或片, 研细, 取约 1 g, 精密称定, 分别置具塞锥形瓶中, 精密加入 75% 甲醇 50 mL, 密塞, 称定质

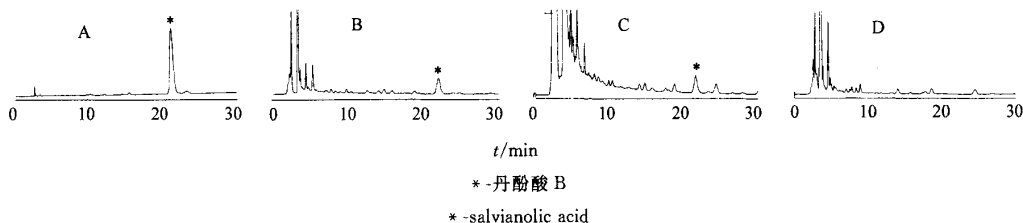


图 1 丹酚酸 B 对照品(A)、心可舒片(B)、心可舒胶囊(C)和阴性对照(D)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of salvianolic acid B reference substance (A), Xinkeshu Tablets (B), Xinkeshu Capsula (C), and negative sample (D)

收稿日期: 2006-10-15

作者简介: 魏惠珍(1965—), 女, 江西南昌人, 副教授, 主要从事中药质量控制研究工作。

Tel: (0791)7119651 E-mail: weihuizhen_101@126.com

* 通讯作者 饶 毅 Tel: (0791)7119609 E-mail: raoyi99@126.com