

- [2] 伍汉文. 应重视骨质疏松的防治. 中华内科杂志, 1991; 30(7):387
- [3] 梁立, 江正玉. 补肾中药治疗骨质疏松症临床观察. 中医杂志, 1992; 33(11):36
- [4] 吴波. 骨质疏松动物模型研究的现状与展望. 药学学报, 1996; 31(4):316
- [5] 沈霖, 杜靖远, 杨家玉, 等. 补肾密骨液对实验型骨质疏松症的影响. 中医正骨, 1994; 6(4):3
- [6] 吴铁, 廖进民, 李青南, 等. 壮骨肾宝防治肾上腺皮质激素所致大鼠骨质疏松的实验研究. 中国中西医结合杂志, 1996; 16(2):102
- [7] 李青南, 廖进民, 吴铁, 等. 淫羊藿提取液防治激素所致大鼠骨质疏松的实验研究. 中国药学杂志, 1996; 31(8):467
- [8] 吴波, 徐冰, 黄添友, 等. 抗骨松冲剂对维甲酸所致大鼠骨质疏松症的防治作用. 中国中西医结合杂志, 1996; 16(1):32
- [9] 谢华, 吴铁, 黄连芳, 等. 黄芪水提液对大鼠类固醇型骨质疏松的防治作用. 中草药, 1997; 28(1):25
- [10] 谢可水. 补肾法治疗骨质疏松症 55 例疗效观察. 上海中医药杂志, 1986; (11):30
- [11] 刘传珍. 中药治疗老年类风湿关节炎所致骨质疏松的临床研究. 中国骨伤, 1993; 6(1):17
- [12] 于康冉, 韩宜印. 中药治疗老年骨质疏松症 64 例. 四川中医, 1995; 13(4):49
- [13] 孙文山. 自拟骨痿汤治疗老年型骨质疏松症 50 例. 河南中医药学刊, 1996; 11(1):35
- [14] 张福玲, 史清敏. 绝经后妇女骨质疏松的中药治疗. 中医药信息, 1993; (3):46
- [15] 陆万仁. 中药内服外敷治疗骨质疏松症 228 例疗效观察. 实用中医药杂志, 1995; (3):17
- [16] 沈霖, 杜靖远, 杨家玉, 等. 青娥丸加味治疗老年性骨质疏松症 52 例观察. 湖北中医杂志, 1994; 16(3):16
- [17] 范增源. 愈骨丸治疗原发性骨质疏松症疗效观察. 四川中医, 1995; 13(1):43
- [18] 张越林, 武胜利. 老年男性原发性骨质疏松症的中药治疗. 新中医, 1996; 28(2):59
- [19] 邹碧云, 田心义, 魏毅. 滋肾密骨丹治疗老年性骨质疏松症的临床观察. 中国医药学报, 1996; 11(3):25
- [20] 陈大蓉, 唐著, 郑坤渝, 等. 中药护骨合剂防治绝经后骨质疏松症的临床观察. 中医杂志, 1994; 35(6):359

石菖蒲中多糖成分的分析

洪永福 郭学敏 孙连娜 吕占国 林锦明 赵长文

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文对中药石菖蒲 *Acorus gramineus* Soland 中所含多糖进行初步研究, 分离纯化得一白色精制多糖, 经分析表明组成它的单糖为葡萄糖。并采用苯酚-硫酸法测得其生药中含量为 12.22%, 用凝固点下降法测得分子量为 3151.6。研究结果提示, 在中药制剂及制定有关石菖蒲的质量标准时, 对其中多糖成分应予重视。

关键词 石菖蒲; 多糖; 苯酚-硫酸法; 熔点下降法

Isolation and identification of the polysaccharide of *Acorus gramineus* Soland

Hong Yongfu, Guo Xuemin, Sun Lianna, Lu Zhanguo, Lin Jinming, Zhao Changwen

(School of Pharmacy, Second Military Medical University, Shanghai 200433)

ABSTRACT The polysaccharide of *Acorus gramineus* has been isolated by water extraction from its rhizome. The polysaccharide of *A. gramineus* was composed of D-glucoses. It's average molecular weight was 3151.6 which was determined by solidifying point drop method and the polysaccharide content of *A.*

gramineus was 12.22% determined by Phenol - H₂SO₄ method.

KEY WORDS *Acorus gramineus* Soland, polysaccharide, solidifying point drop method, phenol - H₂SO₄ method

石菖蒲 *Acorus gramineus* Soland 为天南星科植物石菖蒲的根茎, 临床应用非常广泛, 药理研究表明具有镇静作用, 并能促进消化液的分泌、延缓平滑肌的痉挛^[1-4], 可杀死 S₁₈₀ 腹水瘤细胞等^[5]。对石菖蒲的化学成分的研究, 主要为挥发油^[6]。本文研究了其中的多糖成分, 测定了石菖蒲中多糖的含量, 分子量, 并作了初步的分析。

实验部分

一、材料与仪器

石菖蒲药材(购自安徽省亳州), 经本院生药教研究乔传卓教授鉴定为 *Acorus gramineus* Soland; 751 型紫外分光光度计(上海光学仪器厂); (+) 葡萄糖、半乳糖、鼠李糖等单糖标准品均为中西药研究室提供。

二、方法和结果

(一) 多糖的提取、分离及纯化

1. 提取 石菖蒲药材经水蒸气蒸馏除去其中的挥发油, 用水煎煮 3 次, 合并煎煮液, 加乙醇使含醇量至 60%, 静置, 离心取沉淀得粗多糖。

2. 分离、纯化 取上述粗多糖约 500g, 用水溶解, 加入 15% 的三氯醋酸, 静置后离心除去沉淀出的蛋白质。上清液调乙醇浓度至 60%, 过滤, 沉淀依次以无水乙醇、丙酮、乙醚洗涤 3 次, 真空干燥, 得一白色精制多糖。

(二) 多糖的鉴定

1. 水解 取上述精制后的多糖约 1.5g, 用 5% (v/v) H₂SO₄ 封管水解 (100℃) 6h, 水解液加过量的 BaCO₃ 中和后, 离心除去沉淀。上清液供下面的实验。

2. 鉴定 (1) 取水解液 1ml, 加茚三酮试剂数滴, 呈阴性反应, 表明不含蛋白质。(2) 薄层层析, 采用硅胶 H 高效薄层预制板, EtOAc - C₅H₅N - H₂O (10:4:3) 展开, 苯胺 - 邻苯二甲酸 105℃ 加热 10min 显色。结果石菖蒲多糖水解物及各单糖的 R_f 值分别为: 果糖 0.314; 鼠李糖 0.629; 阿拉伯糖 0.4; 葡萄糖 0.329; 甘露糖 0.471; 半乳糖 0.414 及石菖蒲多糖水解物 0.329。表明石菖蒲多糖中的单糖成分为葡萄糖。

(三) 多糖的含量测定

1. 精制苯酚及苯酚溶液的制备 取苯酚 (AR) 200g, 加铝片 0.2g 和 NaHCO₃ 0.1g, 于电热煲内加热蒸馏, 收集 182℃ 的馏分, 得精制苯酚。取精制苯酚 10g 加水 190ml 溶解, 置棕色瓶中, 冰箱内保存备用。

2. 标准曲线的建立 (苯酚 - 硫酸法) 精密称取分析纯葡萄糖 100.15mg 配成 100ml 溶液。精密量取 10、20、30、40、50、60、70μl 分别置三角瓶中, 加水至 2ml, 再加苯酚 1ml, 混匀。迅速加入 5ml 浓 H₂SO₄, 振摇 5min, 置沸水浴加热 15min, 然后置冷水浴 30min, 于紫外分光光度计 490nm 处测定吸收度, 同时作一空白对照。结果见表 1。

表 1 标准曲线的制备数据

	加入量 (μg/ml)						
	10.015	20.03	30.045	40.06	50.75	60.90	70.105
测定值 (A)	0.0765	0.1805	0.2635	0.2905	0.3900	0.4585	0.564

上述数据回归处理得回归方程:

$$A = 7.861 \times 10^{-3}x + 1.1429 \times 10^{-3}$$

$$r = 0.9962$$

3. 换算因素的测定

精密称取多糖粉末 20mg 于 100ml 容量瓶中, 加少量水溶解并稀释至刻度。按标准

曲线项下自“加苯酚 1ml”起,测定吸收度,按下式计算换算因素:

$$f = W/C \cdot D$$

其中 W 为多糖重量(μg), C 为多糖溶液中葡萄糖浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$), D 为多糖的稀释因素。用上述方法测得换算因素为: $f = 1.0975$

4. 样品溶液的制备 取生药粉末 2g(研碎)置 100ml 圆底烧瓶中,加入 80% 乙醇 500ml 水浴回流 90min,趁热过滤,其残渣用 80% 乙醇洗(20ml \times 3),之后滤渣连同滤纸放入圆底烧瓶中,加水 400ml,沸水提 4h,趁热过滤,残渣用热水洗(20ml \times 3),洗出液并入滤液中,并于 500ml 容量瓶中定容,用 1ml 移液管取 0.1ml 加水 1.9ml,备用。用苯酚-硫酸法测定,并按下式计算石菖蒲中多糖含量:

$$\text{石菖蒲中多糖含量}(\%) = (C \cdot D \cdot f / W) \times 100$$

其中: C - 样品液中葡萄糖浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$); D - 供试品溶液稀释因素; f - 换算因素; W - 供试品重量(μg)

用此法测得石菖蒲中多糖的含量为: 12.22%。

(四) 多糖的分子量测定

精密称取 2.012g 的多糖样品于干燥洁净的 10.00ml 容量瓶中,加入蒸馏水刻度并摇匀使其溶解完全,得到浓度 $a = 201.2\text{g}/\text{l}$ 的样品测定液,再精确称量该测试液,求得其密度 $D_{27^\circ\text{C}} = 0.6762\text{g}/\text{ml}$ 。然后按凝固点下降法测定分子量。

实验测得凝固点下降值 $\Delta T_f = 0.250^\circ\text{C}$

根据公式 $\Delta T_f = K_f \cdot m$ (K_f : 水溶液冰点下降常数为 1.86

m : 样品的质量摩尔浓度)

$$\text{得 } m = \Delta T_f / K_f = 0.250 / 1.86 = 0.1344$$

因样品表观数均分子量:

$$\bar{M}_n = \frac{a \times 1000}{m(1000\text{Da})}$$

所以测得该多糖分子量:

$$\begin{aligned} M_n &= \frac{201.2 \times 1000}{0.1344(1000 \times 0.6762 - 2012)} \\ &= 3151.6 \end{aligned}$$

结果与讨论

1. 由多糖的理化鉴定及薄层层析的结果看,石菖蒲多糖为单一多糖,即为由葡萄糖组成的纯多糖。

2. 按苯酚-硫酸法测得石菖蒲中多糖的含量为 12.22%,含量非常高。因此,在中药制剂以及制订有关石菖蒲的质量标准时,其中的多糖成分是一个不容忽视的因素。

参考文献

- [1] 陈建家. 石菖蒲治疗癫痫大发作的疗效观察. 中华医学杂志, 1978; (1): 62
- [2] 刘国卿, 孙建宁, 何正正, 等. 石菖蒲挥发油有效成分的解痉作用. 中国药理学报, 1983; 4(2): 95 ~ 7
- [3] 杜毅, 周超凡. 石菖蒲的效用与现代研究的关系. 中国中药杂志, 1993; 18(4): 244 ~ 5
- [4] 周大兴, 李昌笠, 林良乾. 石菖蒲对小鼠学习记忆的促进作用. 中草药, 1992; 23(8): 417 ~ 9
- [5] 尹春南, 梁秀明, 李志红. 石菖蒲挥发油抗癌作用的研究(第一报). 广州医药, 1981; (3): 31 ~ 2
- [6] 刘国卿, 蒋莹. 几种中药挥发油的急性毒性及对戊巴比妥钠的协同作用. 中国药科大学学报, 1989; 20(1): 57

85、90 和 95 版中国药典中药成方制剂鉴别方法比较分析

张汉明 赵广宇*

(第二军医大学药学院 上海 200433)

摘要 本文通过对 85、90 和 95 版中国药典中药成方制剂中应用的各种鉴别方法的统计和比较分析,指出了当前我国成方制剂鉴别方法的应用现状和发展趋

* 本校 94 年级学生