

不同炮制法对女贞子中酪醇和多糖含量的影响

徐娟华¹,谢迎光²,嵇洪亮³,杨学运¹

(1.浙江大学药学院,浙江 杭州 310031; 2.浙江省武警杭州医院,浙江 杭州 310004; 3.湖州市第三人民医院,浙江 湖州 313000)

摘要:目的:对女贞子的6种不同炮制品(清蒸、盐蒸、醋蒸、黄酒蒸、白酒蒸、酒炙品)的酪醇和多糖含量分别进行测定。方法:薄层扫描法和苯酚-硫酸法。结果:与生品比较,白酒蒸和酒炙品中酪醇的含量增加了24.85%和26.90%;其他炮制品酪醇含量与清蒸品比较,基本都有升高;不同炮制品的多糖含量与生品或清蒸品比较,则都是减少的。结论:临床用药以白酒蒸和酒炙品为好,但应注意多糖的综合利用。

关键词:女贞子 分析;酪醇 分析;多糖类 分析

中图分类号: R282.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-9292(1999)05-0206-03

The Influences of Different Preparation Methods on the Content of Tyrosol and Polysaccharide in *Fructus Ligustri Lucidi*

XU Juan-hua, XIE Ying-guang, JI Hong-liang, et al (College of Pharmacy, Zhejiang University, Hangzhou 310031, China)

Abstract Objective To determine the content of tyrosol and polysaccharide in *Fructus Ligustri lucidi* (No. 1) and its products prepared with six different preparation methods, such as, mixed respectively with water (No. 2), salt solution (No. 3), vinegar (No. 4), yellow wine (No. 5), and white spirit (No. 6), and then steamed. Mixed with yellow Wine and stired to dry with slow fire (No. 7). **Methods** Thin-layer scanning and the method of developing color with phenol and sulphuric acid. **Results** As compared with No. 1 (not prepared), tyrosol contained in No. 6 and No. 7 has increased respectively by 24.85% and 26.90%. If contrasted with No. 2, the content of tyrosol has raised in all other products. The content of polysaccharide, whether compared with No. 1 or No. 2, has decreased in other five samples. **Conclusion** The study suggests that it is preferable to use No. 6 and No. 7 products in clinical practice. At the same time the comprehensive utilization of polysaccharide should also be payed attention to.

Key words *Fructus ligustri lucidi* /anal; Tyrosol /anal; Polysaccharide /anal

女贞子为木犀科女贞属植物女贞 [*Ligustrum lucidum* Ait.] 的干燥成熟果实,是中国传统的常用中药,前文^[1-3]已对女贞子的酪醇和齐墩果酸进行了研究。鉴于临床主要用其炮制品,而不同炮制品其生物活性有所不同^[4],故本文拟对其炮制品中酪醇和多糖进行分析,以观察不同炮制方法(清蒸、盐蒸、醋蒸、黄酒蒸、白酒蒸、酒炙品)对其成分含量的影响,为临床用药提供更多科学依据。

1 实验部分

1.1 材料

1.1.1 样品来源: 样品女贞子 1996年1月采于杭州市,由本文第一作者鉴定。

收稿日期: 1998-09-25 修回日期: 1999-02-01

作者简介: 徐娟华 (1963-),女,硕士,副教授,从事天然药物活性成分研究。

1.1.2 样品炮制^[4-5]: 生品: 洗净的女贞果实清蒸品: 净制女贞子 200 g, 放入锅内蒸 4 h, 取出凉干。盐蒸品: 净制女贞子 200 g, 加 20% 盐水 20 ml, 拌匀, 2 h 后置锅内蒸 4 h, 取出凉干。醋蒸品: 净制女贞子 200 g, 加醋 40 ml, 操作同盐蒸品。黄酒蒸品: 净制女贞子 200 g, 加黄酒 40 ml, 操作同盐蒸品。白酒蒸品: 净制女贞子 200 g, 加白酒 40 ml, 操作同盐蒸品。酒炙品: 净制女贞子拌黄酒吸尽, 文火炒干, 取出凉干。

1.1.3 仪器、试剂: 日本岛津 CS-930 双波长薄层扫描仪; 酪醇对照品由本校药化教研室提供, 黄酒 (17%)、白酒 (47%)、醋为市售。DU-65 分光光度仪 (BECKMAN 公司制造)。离心机 LXJ-64-01 (北京医疗仪器修理厂)。葡萄糖标准品及其他试剂均为分析纯。

1.2 不同炮制方法对酪醇含量的影响

1.2.1 实验条件: 高效薄层板, 氯仿-乙酸乙酯 (6:1) 展开 3 次, 碘熏定位, 单波长反射锯齿法扫描, $\lambda_{\max} = 290 \text{ nm}$, $S_x = 0$, 狭缝为 $2 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ 。

1.2.2 实验步骤

1.2.2.1 标准曲线的绘制: 精密称取适量酪醇, 用无水乙醇配制成浓度为 0.168 mg/ml 的标准溶液, 分别点 $2, 4, 6, 8, 10, 12 \mu\text{l}$ 于同一薄层板上, 上行展开 3 次, 挥干, 碘熏定位, 于波长 290 nm 处测定斑点面积, 并经 $Y-X$ 回归, 得回归方程为: $Y = 32\,575.88 + 11\,479.77X$ ($r = 0.9985$)。

1.2.2.2 酪醇的提取: 精密称取已过 20 目筛干燥的女贞子不同炮制品粉末约 1 g , 用 95% 乙醇回流提取, 回收至无醇味, 加稀 H_2SO_4 液 50 ml 水解 4 h, 用稀碱调至 $\text{pH} 4 \sim 5$, 过滤, 滤液水浴蒸干, 用 95% 乙醇 50 ml 转移回流 1 h, 放冷过滤, 滤液适当回收后转移至 10 ml 容量瓶中, 定容, 待用。

1.2.2.3 酪醇含量测定: 取上述各样品液 $2 \mu\text{l}$ 于高效薄层板上点样, 展开, 同标准曲线法扫描, 得 Y_1, Y_2, Y_3 , 根据回归方程求得 X_1, X_2, X_3 , 按下式计算, 可得平均酪醇含量。

$$\text{含量} = [X / (L \times W)] \%$$

X 点样量中酪醇的量 (μg); L 点样量 (μl), W 粉末重 (g)

1.2.2.4 回收率试验: 精密吸取不同量生品样品液 3 份, 分别加入酪醇标准液 2.5 ml 作为加样液, 以不加酪醇标准液的原生品样品液为对照, 同法操作, 结果得平均回收率为 99.04% 。

1.3 不同炮制方法对多糖含量的影响

1.3.1 实验条件: 可见分光光度法, 苯酚-硫酸显色, $\lambda_{\max} = 490 \text{ nm}$ 。

1.3.2 实验步骤

1.3.2.1 苯酚溶液的配制: 取 182°C 馏分的新鲜苯酚 5 g , 加水制成 5% 苯酚溶液, 避光冷藏待用。

1.3.2.2 女贞多糖提取精制: 取女贞子粉末 100 g , 分别用石油醚和乙醇回流脱脂, 残渣挥干, 加水煮提, 滤液加乙醇至含醇量 50%, 静置过夜, 离心, 沉淀用适量热水溶解, 加活性炭煮沸脱色, 离心, 沉淀用无水乙醇、丙酮依次洗涤, 离心, 沉淀 60°C 干燥, 得精制女贞多糖。

1.3.2.3 标准曲线的制作: 精密称取干燥葡萄糖标准品 0.1007 g , 用蒸馏水定容成 0.1007 mg/ml 。精密吸取标准葡萄糖液 $0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8 \text{ ml}$ 分别置于试管中, 各加蒸馏水使成 2 ml , 再加苯酚液 1.5 ml , 摇匀, 迅速滴加浓硫酸 6.0 ml , 冷水迅速冷却, 按分光光度法在 490 nm 波长处测定吸收度, 以回归法求得回归方程:

$$C = 0.4174 - 16.0985A, (r = 0.9995)$$

1.3.2.4 换算因子的测定: 精密称取干燥女贞多糖 0.0503 g , 定容至 250 ml , 作储备液 ($201.2 \mu\text{g/ml}$)。精密吸取储备液 0.4 ml , 按标准曲线项的方法测定吸收度, 求得与该多糖液相当的葡萄糖浓度 ($\mu\text{g/ml}$), 按下式计算换算因子:

$$f = W / (C \times D)$$

W 多糖重量 (μg); C 葡萄糖浓度 ($\mu\text{g/ml}$); D 多糖稀释因子 ($250 \times 9.5 / 0.4 = 5937.5$)。得平均换算因子为 $f = 2.2096$ 。

1.3.2.5 多糖含量测定: 称取各种方法炮制的女贞子粉末 0.25 g , 分别加 80% 乙醇 100 ml 回流提取, 抽滤, 药渣加蒸馏水煮提, 趁热过滤, 滤液用蒸馏水稀释并转移至 250 ml 容量瓶中, 摇匀冷藏备用。精密吸取各供试液 0.5 ml 置试管中, 加蒸馏水 1.5 ml , 按标准曲线项下“加苯酚试剂 1.5 ml ……在 490 nm 波长处”测定吸收

度。按下式计算样品中多糖含量:

多糖含量 = (Cs× D× f× W)× 100%

Cs 供试品溶液的葡萄糖浓度 (μ g /ml); D 供试品溶液的稀释因子 (250× 9. 5/0. 5); f 换算因子; W 供试品重量 (μ g)

1. 3. 2. 6 回收率测定: 精密吸取上述生品样品液 0. 25 ml 3份, 加不同量精制多糖储备液作为加样液, 以原生品样品液为对照, 依上法测定吸收度, 结果得平均回收率为 99. 3%。

2 结果与讨论

2. 1 女贞子不同炮制品中酪醇和多糖含量测定结果见表 1

表 1 女贞子不同炮制品中酪醇和多糖含量测定 (n= 3)

编号	样品	酪醇含量 (%)	CV (%)	多糖含量 (%)	CV (%)
1	生品	0. 487	7. 04	7. 82	2. 45
2	清蒸	0. 272	4. 32	7. 09	3. 48
3	盐蒸	0. 358	0. 40	7. 04	2. 83
4	醋蒸	0. 259	0. 77	6. 89	1. 60
5	黄酒蒸	0. 219	1. 29	6. 39	1. 05
6	白酒蒸	0. 608	2. 91	6. 06	2. 72
7	酒炙品	0. 618	0. 30	6. 85	4. 59

2. 2 由酪醇含量测定结果可知, 用不同方法炮制后, 盐蒸、醋蒸、清蒸、黄酒蒸品的酪醇含量均较生品低, 而白酒蒸和酒炙品的酪醇含量则高得多, 分别增高达 24. 85% 和 26. 90%。这与文

献报道^[3]女贞子的酒炙品中齐墩果酸含量最高, 降 GPT 等作用最强的结果一致, 这可能与高浓度或高热导致乙醇渗透力提高, 有利于有效成分提出有关, 可为女贞子的传统护肝作用提供充实依据。

2. 3 由多糖含量测定结果可以看出, 女贞子经过炮制后的多糖含量均较生品降低, 这是因为女贞子多糖是水溶性的, 在炮制过程中有损失所致。这也可以提醒我们, 尽管女贞多糖在防病治病中并不起主要作用, 但它具有增强免疫等作用^[7], 应该注意综合利用。

参 考 文 献

[1] 徐娟华, 杨学运, 孙礼富, 等. 女贞子中红景天甙元的分析和含量测定 [J]. 现代应用药学, 1995, 12(4): 20- 22.

[2] 徐娟华, 栾连军, 黄亦佳, 等. 女贞和小蜡中有效成分的分离与检测 [J]. 中国现代应用药学, 1997, 14(4): 14- 16.

[3] 徐娟华, 黄亦佳, 嵇宏亮. 女贞和小蜡果实中有效成分的动态分析测定 [J]. 中草药, 1998, 29(3): 167- 169.

[4] 殷玉生, 于传树. 女贞子炮制品化学成分和护肝作用的实验研究 [J]. 中成药, 1993, 15(9): 18- 19.

[5] 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国药典 [M]. 一部. 广东科技出版社, 1995: 附录 20- 22.

[6] 李满飞, 徐国钧, 平田义正, 等. 重要石斛类多糖的含量测定 [J]. 中草药, 1990, 21(10): 10- 22.

[7] 贺正全, 岳松健, 谢成科. 中药黄芪和红芪的生药学研究 V. 七种黄芪中总多糖的初步分析 [J]. 中药材, 1987(3): 40- 41.

〔责任编辑 严少洁〕