

● 方药研究 ●

水三仙口服液中总多糖的含量测定

杨雄志

(浙江医药高等专科学校 宁波 315100)

摘要:目的: 建立水三仙口服液中多糖的含量测定方法。方法:采用分光光度法和苯酚- 硫酸法测定“水三仙”口服液中总多糖的含量。结果:水三仙口服液中多糖的含量为 2.88%,该方法线性关系良好($r=0.9996$),平均回收率为 98.33%,RSD 为 0.69%。结论:该方法简单、准确,可靠,可用于控制该制剂的质量指标。

关键词:水三仙口服液;总多糖;紫外分光光度法;药物含量测定

Abstract: Objective: To establish a UV method for the determination of content of total Polysaccharide in Shuishanxian Oral Liquor. Methods: UV-spectrophotometer and phenol-sulfuric method were used for the determination of content of total Polysaccharide in the Shuishanxian Oral Liquor. Results: The total Polysaccharide in the Shuishanxian Oral Liquor was 2.88%, Linearity was good ($r=0.9996$); The average recovery was 97.86%, RSD=1.46%. Conclusion: The method is simple, convenient and reliable. And the assay result is satisfactory to provide some reference for quality control of Shuishanxian Oral Liquid.

Key words: Shuisanxian Oral Liquor ;Total Polysaccharide;UV-Spectrophotometer;Determination of Content

中图分类号: R 927.2

文献标识码: B

文献编号: 1671-4040(2005)04- 0077-01

水三仙口服液是由灵芝、茯苓、白莲、菱角、薏苡仁、山药等中药科学配伍组成的清补之品。通过临床实践应用该制剂对脏腑而言有补肝肾、健心脾之功,适宜于大众身心与健康的调理,是现代快节奏社会人们增强免疫力、防病抗衰的保健佳品。由于灵芝、茯苓、白莲等药材所含多糖等是与疗效有关的主要有效成分之一^[1,2],因而本实验研究采用分光光度法取得水三仙口服液多糖营养成分的定量指标具有较好的实际意义,可为今后其质量标准及开发利用提供参考依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器 紫外分光光度计 (美国 BECKM AN, Du—600), SK250H 超声清洗器 (上海科导超声仪器有限公司)。

1.2 试药 5%苯酚溶液 (精密快速称取 5g 的苯酚结晶,加蒸馏水至 100mL 定容即得 5% 苯酚溶液)。D(+)葡萄糖 (AR) (105℃干燥至恒重)。所用试剂均为分析纯,配制方法按 2005 年版药典有关项下规定进行。供试品由本校药物研制中心提供,批号 20031218。

2 方法与结果

2.1 葡萄糖标准溶液的配制 精密称取 105℃干燥至恒重的葡萄 100mg, 用重蒸馏水溶解, 定容至 1000mL, 得 0.1 mg / mL 的标准品溶液。

2.2 标准曲线的制备 用移液管精密移取 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6、0.7 mL 的葡萄糖标准品溶液, 分别置于带塞试管中, 依次加水使成 1mL。另取 1.0 mL 水体作空白对照。往各试管中再加入 1.0 mL 的 5% 的苯酚, 摇匀, 迅速滴加浓硫酸各 5 mL, 摇匀后放置 5 min, 置沸水浴中加热 15 min, 取出冷却至室温, 以空白校正零点, 于 489nm 处检测其吸光度; 绘制标准曲线。经回归得方程: $Y=0.21996+ 19.0798X$, $r=0.9996$ ($n=7$)。实验结果表明, 葡萄糖在 4~10mg 呈良好线性关系。见表 1。

表 1 标准曲线测定结果

浓度 /mg•mL ⁻¹	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7
吸光度(A)	0.2229	0.2736	0.3228	0.3786	0.4308	0.4872	0.5336

2.3 样品溶液的制备 本水三仙口服液的生药用量为每支 10 mL 含有 5g 药材。故取 4.9826 克药材, 粉碎至 100 目, 用 200mL85% 的乙醇超声提取 1.5h, 滤过。用 85% 的乙醇洗涤。然后, 把滤纸连同粉末再用 200mL 蒸馏水提取 90min。用热水洗涤, 定容至 250mL, 即得。

2.4 样品含量测定^[3,4] 精密量取供试品溶液 0.5mL 于 10 mL 带塞的试管中, 加蒸馏水至 2.0 mL, 按“标准曲线制备”项下方法操作, 同时做一空白, 于 489 nm 波长处测定吸光度 (共测定 3 个批次), 计算结果分别为 3.36、3.12、3.22 ($n=3$)。本品按干燥品计算, 含多糖不得少于 2.88%。

2.5 稳定性实验 取供试品溶液, 按“样品含量测定”项下方法操作, 每隔一定时间测定 1 次, 共考察 1.5 h, 结果表明在 30min 内稳定。

2.6 回收率测定 精密吸取葡萄糖对照品溶液 5 份, 分别加人不同量的已知葡萄糖含量的样品溶液中, 以下操作按“样品含量测定”项下进行, 结果见表 2。

表 2 加样回收率试验结果

编号	样品量 /mg	葡萄糖加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	3.85	12.55	15.96	97.22		
2	4.05	12.55	16.38	97.66		
3	4.50	12.55	17.05	99.85	98.33	0.69
4	5.30	12.55	17.38	96.75		
5	5.80	12.55	18.36	100.18		

2.7 精密度试验 同批样品重复测定 5 次, RSD= 1.39% ($n=5$)。

3 讨论

本文采用苯酚—硫酸显色法, 以葡萄糖计算测定水三仙口服液中总多糖含量。其原理为先用 85%乙 (下转第 80 页)

男 25 例,女 15 例,平均年龄 34.3 岁;D 组男 24 例,女 16 例,平均年龄 32.6 岁;E 组男 20 例,女 20 例,平均年龄 31.9 岁;F 组男 21 例,女 19 例,平均年龄 33.7 岁。各组年龄、性别、发病时间和发病天数差异均无显著性,具有可比性($P>0.05$)。

1.2 给药方法 A 组:鱼腥草注射液(江西保利制药有限公司)50~100mL+5%葡萄糖 250mL 静点,每日 1 次。B 组:双黄连注射液(牡丹江温春双鹤药业有限责任公司)60mL+5%葡萄糖 250mL 静点。C 组:清开灵注射液(神威药业燕郊有限公司)20~40mL+5%葡萄糖 250mL 静点。D 组:穿琥宁注射液(詹姆斯—安迪制药(通化)有限公司)200~400mg+5%葡萄糖 250mL 静点。E 组:莪术油葡萄糖注射液(江苏淮安双鹤药业有限责任公司)250mL 静点。F 组:痰热清注射液(新谊药业集团公司)20mL+5%葡萄糖 250mL 静点。以上均每日 1 次,治疗时间均为 5d。用药期间观察症状、体征(血常规、发热、鼻塞、流涕、喷嚏、咽痛、咳嗽、头痛和周身不适等)。

1.3 疗效判定 痊愈:5d 内感冒症状、体征消失;有效:感冒症状体征部分缓解;无效:感冒症状、体征无变化或加重。

1.4 统计学处理方法 采用 t 检验和 χ^2 检验

2 结果

2.1 疗效比较 临床疗效比较见表 1。

表 1 临床疗效比较(n=40)				例(%)
组别	痊愈	有效	无效	总有效率(%)
A 组	26 (65.0)	8 (20.0)	6 (15.0)	85.0
B 组	27 (67.5)	5 (12.5)	8 (20)	80.0
C 组	21 (52.5)	8 (20.0)	11 (27.5)	72.5
D 组	34 (85.0)	5 (12.5)	1 (2.5)	97.5
E 组	35 (87.5)	5 (12.5)	0 (0.0)	100.0
F 组	23 (57.5)	7 (17.5)	10 (25.0)	75.0

从上表中可以看出 D 组、E 组在治愈率分别达到了 85%和 87.5%,在总有效率分别达到了 97.5%和 100%;D 组、E 组之间无明显差异性;其它 4 组在总有效率方面基本相同,无明显差异;D、E 组与 A、B、C、F 组之间有明显的差异, ($P<0.05$)。

2.2 症状、体征缓解时间比较 见表 2。

从表中可以看出,在退热方面 B、C、D、F 组显示较好的作用,体温恢复时间明显少于 A、E 组,B、C、D、F 组与 A、E 组比较具有显著的差异性($P<0.05$);在血象恢复正常方面 D 组显示较好的作用,恢复正常时间明显短于其它组别,D 组与 A、B、C、E、F 组比较,具有显著的差异性($P<0.05$)。在缓解症状方面 D、E 组在时间上优于其它组别,与 A、B、C、F 组比

较,具有显著的差异性($P<0.05$)。

表 2 症状体征缓解时间比较 ($\bar{X} \pm S$)						d
组别	n	发热 恢复正常时间	n	血常规 恢复正常时间	n	症状消失
A 组	20	2± 0.52	10	3± 0.63	40	3± 0.44
B 组	19	1± 0.68	14	3± 0.82	40	3± 0.28
C 组	24	1± 0.75	11	3± 0.57	40	3± 0.52
D 组	22	1± 0.65	17	2± 0.53	40	2± 0.63
E 组	21	2± 0.62	13	3± 0.48	40	2± 0.53
F 组	19	1± 0.82	16	3± 0.83	40	3± 0.72

3 讨论

急性上呼吸道感染大多数是由病毒引起,少数为细菌直接感染或继发于病毒感染之后。治疗以对症和抗病毒治疗为主,合并细菌感染,适当给予抗生素治疗。目前尚无特效抗病毒药物。随着祖国医学不断深入研究,在中药抗病毒方面取得了一些进展,开发出了一些具有抗病毒作用的中成药,如鱼腥草、双黄连、清开灵、穿琥宁、莪术油、痰热清注射液等,在临床中取得了较好的治疗效果。中医学将上呼吸道感染分为风热和风寒型 2 类来辨证施治。本研究表明,治疗效果存在的差异:一方面与药物本身的药理作用有关;另一方面与临床医生的应用有关,相当一部分医生缺乏辨证施治的中医概念。从上述表 1 可以看出,穿琥宁、莪术油显示了较高的治愈率和总有效率,治愈率分别达到了 85%和 87.5%,总有效率 97.5%和 100%。这与其具有抗多种病毒(呼吸道合胞病毒、流感、副流感等病毒)的作用有关。从表 2 可以看出:(1)双黄连、清开灵、穿琥宁、痰热清注射液,具有较好的退热功效,退热时间较其它几种药物时间短,这可能与其药物成份中含有黄芩有关;(2)穿琥宁注射液对血常规的恢复正常具有较好的作用,比其它几种药物时间要短,可能与促进肾上腺皮质功能、增加机体对病原体感染的应急能力有关;(3)在症状缓解方面,穿琥宁、莪术油注射液具有缩短时间的作用。这可能的机制,一方面与其有较强的抗病毒作用有关,另一方面与其具有对抗由二甲苯或组织胺所引起毛细血管壁通透性增高有关,从而具有缓解症状快的作用。在 6 种制剂的不良反应方面,笔者未作深入的研究和比较,可做进一步的深入研究。在应用上述制剂治疗上呼吸道感染中应结合临床实际,结合中医辨证施治的原理,采取个体化的用药原则,有针对性地选择适宜个体的药物,以获得最快、最好的临床疗效。

(收稿日期: 2005-01-27)

1998.2 389

[2] 陈国良,陈晓清.灵芝有效成分研究综述[J]. 中国实用菌,1995, 14(4): 7
[3] 芦金清,邓可众. 中药海藻多糖的提取与分析[J].中成药,1998, 20(6): 9
[4] 王家好. 灵芝菌提取物中多糖的含量测定[J].中成药,1996,18 (8): 13

(收稿日期: 2005-02-09)

(上接第 77 页)醇超声提取,去除单糖、低聚糖、苷类等干扰性成分,然后用水提取其中所含多糖类成分,多糖在硫酸作用下,先水解成糖醛衍生物然后进行比色测定,该方法简便,显色稳定,灵敏度高,重现性好。

水三仙口服液总多糖为本制剂的主要有效成分,故准确测定其含量对评价、制定水三仙口服液质量标准有十分重要的意义。

参考文献

[1] 郑虎占,董宏,余靖.中药现代研究与应用[M].北京:学苑出版社,