

# 三种方法测定苍耳 VC 含量的研究

李泽鸿, 管玉兵, 练荣伟, 张帆, 张璐

(吉林农业大学 生命科学院, 吉林 长春 130118)

**摘要:**以东北苍耳为原料, 通过 2, 6-二氯酚靛酚滴定法、紫外快速测定法、2, 4-二硝基苯肼法 3 种 VC 含量测定法, 测定 VC 在东北苍耳的苍耳子、苍耳杆、苍耳叶中的含量。结果表明: 3 种方法测定的结果差异不大, 紫外快速测定法操作简单方便, 结果准确; 苍耳各部位的 VC 含量差异较大, 其中苍耳叶中的 VC 含量最高, 达到 109.5 mg/100g, 而苍耳杆中的 VC 含量最低, 只有 16.1 mg/100g, 苍耳子中的 VC 含量居中, 为 54.7 mg/100g。

**关键词:**2, 6-二氯酚靛酚滴定法; 紫外快速测定法; 2, 4-二硝基苯肼法; VC 测定; 苍耳

**中图分类号:**Q 949.783.5 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)01-0200-03

菊科苍耳属(*Xanthium* L.)植物, 全球约有 25 种, 我国有 3 种及 1 个变种<sup>[1]</sup>。苍耳属植物富含具有抗肿瘤和细胞毒活性的倍半萜内酯化合物, 在世界各地民间主要用于利尿、催吐、催泻, 治疗前列腺疾病、发烧、淋巴结核、肝炎、癌症、皮肤瘙痒和麻风病等症。尤其是苍耳果实(苍耳子)作为常用中药材收录于《中国药典》, 用于治疗风寒头痛、鼻渊流涕、风疹瘙痒、湿痹拘挛等<sup>[2-5]</sup>。苍耳中含有一定量的 VC, 它对苍耳的药性释放会起一定的作用。

当前测定 VC(抗坏血酸)常用的化学方法有 2, 6-二氯酚靛酚滴定法、紫外快速测定和 2, 4-二硝基苯肼法。2, 6-二氯酚靛酚滴定法是根据 VC 的还原性<sup>[6-7]</sup>, 使其与 2, 6-二氯酚靛酚作用, 2, 6-二氯酚靛酚钠盐的水溶液呈蓝色, 在酸性环境中为玫瑰色, 当其被还原时, 则脱色<sup>[8-9]</sup>。紫外快速测定法是根据 VC 具有对紫外光产生吸收、对碱不稳定的特性, 在 243 nm 处测定样品液与碱处理样品液二者吸光度值之差, 并通过标准曲线, 即可计算出 VC 的含量<sup>[10-11]</sup>。2, 4-二硝基苯肼法是根据还原型抗坏血酸经活性炭氧化为脱氢抗坏血酸, 再与 2, 4-二硝基苯肼作用生成红色脎, 脎的含量与总抗坏血酸含量成正比, 进行比色测定<sup>[12-13]</sup>。因此, 现以东北苍耳各部位为试材, 利用 3 种测定 VC 的方法, 研究苍耳不同部位的 VC 含量差异及 3 种测定方法的差异, 以期寻找最佳的试验手段, 为合理利用苍耳奠定基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

东北苍耳于 2009 年 9 月采自吉林农业大学生态园。

第一作者简介: 李泽鸿(1965-), 女, 吉林辽源人, 博士, 副教授, 研究方向为制药工程与生物资源开发。

收稿日期: 2010-10-22

### 1.2 试验方法

1.2.1 2, 6-二氯酚靛酚滴定法 滴定液的制备: 配制 0.26 g/L 的 2, 6-二氯酚靛酚溶液, 使用前用新配制的标准抗坏血酸溶液标定, 以每 1 mL 2, 6-二氯酚靛酚溶液相当于抗坏血酸的毫克数来表示。样品的处理及测定: 分别称取 20 g 苍耳叶、苍耳子、苍耳杆置于研钵中研磨, 放置片刻(约 10 min), 用 2 层纱布过滤, 将滤液(如浑浊可离心)滤入 50 mL 容量瓶中。反复抽提 2~3 次, 将滤液并入 50 mL 容量瓶中。量取样品提取液 10 mL 于锥形瓶中, 以 2, 6-二氯酚靛酚溶液滴定样品提取液, 呈微弱的玫瑰色持续 5 s 不褪为终点, 记录所用 2, 6-二氯酚靛酚的毫升数。整个滴定过程不要超过 2 min。另取 10 mL 用 10% 盐酸酸化的蒸馏水做空白对照滴定。样品提取液和空白对照各做 3 份。

1.2.2 紫外快速测定法 标准曲线的制备: 以蒸馏水为空白, 分别制备 VC 标准溶液 1、2、3、4、5、6、8、10  $\mu\text{g/mL}$ , 在 243 nm 处测定标准系列 VC 溶液的吸光度。以 VC 的量( $\mu\text{g}$ )为横坐标, 以对应的吸光度( $A_{243}$ )为纵坐标作标准曲线。样品的处理及制备: 称取 5.00 g 混匀的苍耳样品于研钵中, 加入 1% HCl 2~5 mL, 匀浆, 定容到 25 mL 容量瓶中。取 0.1~0.2 mL 提取液, 放入盛有 10% HCl 0.2~0.4 mL 的 10 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度后摇匀。以蒸馏水为空白, 在 243 nm 处测定吸光度。待测碱液的制备与测定的方法: 分别取 0.1~0.2 mL 提取液、2 mL 蒸馏水和 1 mol/L NaOH 0.6~0.8 mL 溶液依次放入 10 mL 容量瓶中, 混匀, 15 min 后加入 10% HCl 0.6~0.8 mL, 混匀, 加蒸馏水定容。以蒸馏水为空白对照, 在 243 nm 处测定吸光度, 3 次重复。

1.2.3 2, 4-二硝基苯肼法 标准曲线的制备: 按照国家标准 GB/T 5009.86-2003<sup>[14]</sup>, 配制浓度为 1、2、4、5、8、10、12  $\mu\text{g/mL}$  的标准抗坏血酸溶液。以吸光值为纵坐标, 以抗坏血酸浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标绘制标准曲线。样品的制备及测定: 称 4 g 苍耳干样放入乳钵内, 加入 1% 草

酸溶液磨成匀浆,定容于 100 mL 容量瓶中。取 25 mL 上述滤液,加入 0.5 g 活性炭,振摇 1 min,过滤,弃去最初数毫升滤液。取 10 mL 此提取液,加入 2% 硫脲溶液 10 mL,混匀。于 3 个试管中各加入 4 mL 稀释液。1 个试管作为空白,在其余试管中加入 2% 2,4-二硝基苯肼溶液 1.0 mL,将所有试管放入  $(37 \pm 0.5)^\circ\text{C}$  恒温水浴中,保温 3 h。取出,除空白管外,将所有试管放入冰水中。空白管取出后使其冷到室温,然后加入 2% 2,4-二硝基苯肼溶液 1.0 mL,在室温中放置 10~15 min 后放入冰水内。其余步骤同样品。当试管放入冰水后,向每个试管中加入 85% 硫酸 5 mL,滴加时间至少需要 1 min,需边加边摇动试管。将试管自冰水中取出,在室温放置 30 min 后比色。加样回收率:取已知含量的标准抗血酸溶液适量,共 9 份,分别精密加入试验用样品中,按每种样品的测定方法进行平行测定,计算 VC 的平均回收率。

## 2 结果与分析

### 2.1 2,6-二氯酚靛酚滴定法

经过 3 次重复滴定试验,计算得到苍耳子、苍耳干、苍耳叶的 VC 含量分别为 52.8、4.8、102.03 mg/100g。

### 2.2 紫外快速测定法

经过与标准曲线的比对和计算得到苍耳子、苍耳干与苍耳叶的 VC 含量分别为 53.2、15.2、107.8 mg/100g。

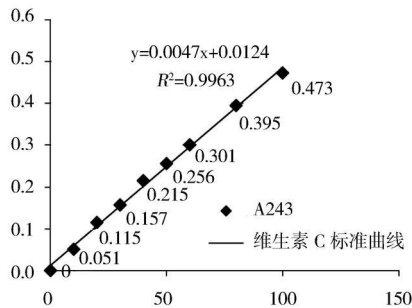


图 1 紫外快速测定法标准曲线

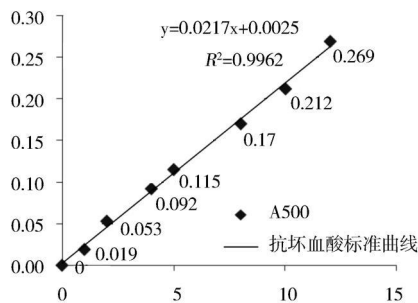


图 2 2,4-二硝基苯肼法标准曲线

### 2.3 2,4-二硝基苯肼法

经与标准曲线对照和计算得到苍耳子、苍耳干、苍耳叶的 VC 含量分别为 54.7、16.1、109.5 mg/100g。

### 2.4 3 种方法测定结果的比较

利用 3 种方法测定 VC 含量,发现每种方法的回收率均较好,满足分析方法的要求(表 1),同时经过对不同

部位苍耳、不同方法的比较发现(表 2)在苍耳叶中的 VC 含量最高,达到 109.5 mg/100g,而在苍耳干中的 VC 含量最低只有 16.1 mg/100g,苍耳子中的 VC 含量居中,为 54.7 mg/100g。

表 1 加样回收率试验(n=3)

方法	回收率/%	回收率/%	回收率/%
2,6-二氯酚靛酚滴定法	97.5	95.0	96.1
紫外快速测定法	97.9	98.6	98.7
2,4-二硝基苯肼法	101.0	98.0	97.5

表 2 3 种方法测得 VC 含量的比较 mg · (100g)<sup>-1</sup>

方法	苍耳子	苍耳干	苍耳叶
2,6-二氯酚靛酚滴定法	52.8	4.8	102.03
紫外快速测定法	53.2	15.2	107.8
2,4-二硝基苯肼法	54.7	16.1	109.5

## 3 结论与讨论

通过 3 种方法的比较,紫外快速测定法操作简单方便,结果准确,此方法可以在后续的试验中广泛应用。苍耳中各部分的 VC 含量相差很大,为苍耳药物开发提供有用的数据。

2,6-二氯酚靛酚滴定法易受苍耳中色素和皂苷的影响,测定速度慢,1 次只能测定 1 个样品,不能实现连续测定。紫外快速测定法操作简便、快速、准确,不需基准物质和标定,所用试剂价格低廉,易得,在实际生产中具有广泛的使用价值。2,4-二硝基苯肼法简便易行、准确、无干扰、重现性好。同时 3 种方法的试验结果相差不大,在相对允许的误差范围内,因此 3 种方法具有一致性。

### 参考文献

- [1] 陕西省中医药研究院. 本草纲目附方分类连编[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982: 614.
- [2] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典[M]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000: 128.
- [3] 韩婷, 秦路平, 郑汉臣, 等. 苍耳及其同属药用植物研究进展[J]. 解放军药学学报, 2003, 19(4): 122-125.
- [4] Ahua M M, Nigam S S. Chemical examination of essential oil from the leaves of *Xanthium strumarium* [J]. Flav. Ind., 1970(1): 627-628.
- [5] Taher H A, Ubiergo G O, Talenti J E C. Constituents of the essential oil of *Xanthium Cavanillesii* [J]. J. at Prod., 1985 48: 857-860.
- [6] 高瑞霞, 周军, 林海, 等. 用 2,6-二溴酚钠盐测定食品中 VC 含量初探[J]. 辽宁农业科学, 1994(5): 24-26.
- [7] 王丽霞. 测定 VC 的两种方法[J]. 经济林研究, 2001, 19(2): 39-40.
- [8] 臧瑾康, 田德文, 唐春林. 用正交试验法探讨酚酞法测定果蔬中 VC 的最佳条件[J]. 成都大学(自然科学版), 1992(2): 44-49.
- [9] 何琳琳. 抗坏血酸测定方法及存在的问题探讨[J]. 西南科技大学学报, 2005 20(1): 69-71.
- [10] 李婷婷, 邓晶晶, 尤思路. 紫外分光光度法测定 VC 片含量结果的不确定度评定[J]. 成都医学院学报, 2008 3(2): 129-131.
- [11] 余瑞林, 黄为福, 陈富强, 等. 紫外分光光度法测定广西特产水果中 VC 的含量[J]. 微量元素与健康研究, 2006 23(2): 22-23.
- [12] 尹儒雅. 蒙成药沙棘膏中黄酮及 VC 的含量测定[J]. 现代中西医结合杂志, 2005 4(1): 132-133.
- [13] 赵连俊. 水果中 VC 含量测定的研究[J]. 当代化工, 2008 23(6): 672-673.
- [14] 中华人民共和国标准化管理委员会. 中华人民共和国国家标准[M]. 2003 8(11): 182-183.

# 密花香薷有效成分的定性分析

包锦渊, 李军乔, 张璐璐, 张伟伟

(青海民族大学 化学与生命科学学院, 青海 西宁 810007)

**摘要:** 采用水提法、醇提法、酸性醇提法和石油醚提取法等方法对密花香薷的有效成分进行提取, 并进行有效成分的定性分析。结果表明: 蛋白质、糖类、有机酸、黄酮类、香豆素与内酯、蒽醌、挥发油的实验结果呈阳性; 酚类、鞣质、皂苷的实验结果有阳性也有阴性; 甾体三萜类、生物碱、强心苷的实验结果呈阴性。说明密花香薷中含有蛋白质、糖类、有机酸、黄酮、皂苷、香豆素与内酯、蒽醌、挥发油等物质, 可能含有酚类、鞣质等物质, 不含甾体三萜类、生物碱、强心苷等物质。初步确定了密花香薷的有效成分类型, 为密花香薷的开发利用提供了理论依据。

**关键词:** 密花香薷; 有效成分; 定性分析

**中图分类号:** S 949.777.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2011)01-0202-03

密花香薷(*Elsholtzia densa* Benth.)系唇形科(Labiatae)香薷属(*Elsholtzia*)1 a 生草本植物<sup>[1]</sup>, 别称咳嗽草、野紫苏、臭香薷、蟋蟀巴、香艳<sup>[2,3]</sup>等, 分布于我国陕西、四川、山西、青海、西藏、甘肃等地, 生于林缘、高山、草甸、河边、山坡荒地及海拔 1 800~4 100 m 地域。香薷是常用中藏药, 有发散风寒, 祛暑化湿的功效, 民间用于治疗瘫痪、癆伤吐血、感冒、疫毒等症<sup>[4]</sup>, 还可作为调料和茶品使用, 是一种药食兼用的植物种类<sup>[5]</sup>。密花香薷一直作为香薷的代替品全草入药及食用, 具有治疗夏季感冒、发热无汗、中暑性急性胃炎、口臭、小便不利等的功效, 具有一定的医疗作用<sup>[6]</sup>, 还能够祛除蚊虫等。密花香薷作

为一种形态上明显区别于香薷的植物物种, 其化学成分与香薷也同样会有一定的区别。但是由于密花香薷一直被视为长在青稞田或麦田中的杂草来防除, 没有对密花香薷进行研究。有关香薷的化学成分的研究报道很多, 但关于密花香薷的化学成分的研究报道却很少。现通过对密花香薷的有效成分进行提取和比较全面系统的定性鉴定反应, 初步确定了密花香薷的主要有效成分, 为进一步深入研究密花香薷的化学成分含量及开发应用提供依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

试材采自青海省门源县, 处于盛花期的密花香薷植株, 经青海大学韦梅琴副教授鉴定。

### 1.2 试验仪器

R-205 型旋转蒸发仪(上海申顺生物科技有限公司), HH-4 数显恒温水浴锅(国华电器有限公司), SHB-III 循环水式多用真空泵(郑州科工贸有限公司), FA1604N 电子天平(上海精密科学仪器有限公司天平仪

第一作者简介: 包锦渊(1958-), 男, 本科, 教授, 现主要从事植物化学的研究工作。E-mail: baojinyuan@126.com。

通讯作者: 李军乔(1968-), 女, 博士, 教授, 现主要从事植物资源开发与利用方面研究工作。E-mail: ljqliy2002@126.com。

基金项目: 青海省重点攻关资助项目(2009-Z-705)。

收稿日期: 2009-10-26

## Analysis on the Content of VC in *Xanthium L* by Three Methods

LI Ze-hong, GUAN Yu-bing, LIAN Rong-wei, ZHANG Fan, ZHANG Lu

(College of Life Science, Jilin Agricultural University, Changchun, Jilin 130118)

**Abstract:** Used the *Xanthium L.* in the northeast of China as raw material, through 2,6-dimethylphenyl pentachlorophenol titration method, UV rapid determination method, 2,4-difluoronitrobenzene nitrobenzene hydrazine method, three kinds of VC content determination method was adopted to determine the VC in the *Xanthium L.* pole, *Xanthium L.* leaf, and *Xanthium L.* fruit. The content of three approach was identification, UV rapid determination method was simple and convenient, it's effect was exactly, the VC content was difference in different regional, the VC content in leaf was the highest to 109.5 mg/100g, the VC content in pole was the lowest to 16.1 mg/100 g, and the VC content in fruit was mediately to 54.7 mg/100g.

**Key words:** 2,6-dimethylphenyl pentachlorophenol titration method; UV rapid determination method; 2,4-difluoronitrobenzene nitrobenzene hydrazine method; VC analysis; *Xanthium L.*