

表 样品中黄芪甲甙的含量

批号	含量(%)	变异系数 CV(%)
92903-1-0	0.0376	3.58(n=4)
92903-1-5	0.0332	3.03(n=7)
92903-1-8	0.0369	4.01(n=4)
92903-1-9	0.0364	3.82(n=4)
92903-2-0	0.0368	2.96(n=4)
92903-2-8	0.0386	3.47(n=4)

3.5 加样回收率试验:精密称取已知含量的玉屏风散 2.5g,准确加入黄芪甲甙对照品适量,依法测定,计算回收率。其平均回收率为 96.3%,变异数 $CV=1.22\%$ ($n=4$)。

3.6 稳定性试验:吸取黄芪甲甙对照品溶液点于薄层板上,展开,显色,每隔 30min 测定一次。结果在 3h 内斑点峰面积积分值基本稳定,其变异系数 $CV=3.214\%$ ($n=7$)。

3.7 精密度测定:吸取黄芪甲甙对照品溶液,在同一块薄层板上点相同量 6 点,展开,显色,测定,计算变异系数为 $CV=3.384\%$ ($n=6$)。

4 讨论

4.1 样品处理,采用 1%NaOH 溶液洗涤,

系除去酸性成分,使杂质斑点明显减少,但在黄芪甲甙斑点下方紧接一大的黑色斑点,用氧化镁处理,可将此黑色斑点去除,使得黄芪甲甙斑点周围无杂质斑点干扰。

4.2 有关黄芪甲甙测定的文献报道^[4,5],展开剂大多采用氯仿-甲醇-水(65:35:10) 10℃以下放置过夜,取下层液。但作者在实验中发现,该展开剂将黄芪甲甙推至前沿而显一扁圆形斑点。因此,作者对其进行改进,将各溶媒仍按上述比例混匀,在室温下放置,待其分层,立即取下层浑浊液为展开剂,且在层析缸内预饱和 10min,可得到一圆而清晰的黄芪甲甙斑点。

参考文献

- 1 章光文,等.中成药研究,1985(10):5
- 2 王华明.中成药研究,1988(3):35
- 3 章光文,等.中医药学报,1985(1):40
- 4 鲁静,等.中成药,1992,14(6):34
- 5 王兰霞,等.中成药,1992,14(6):16

(1995-03-16)

从虎杖中提取大黄素的生产工艺

天津市医药科学研究所(300070)

杨秀贤 王昕 吴寿全

虎杖系蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 的干燥根茎及根,具有抗菌、抗病毒和治疗了宫颈糜烂、慢性盆腔炎、阑尾炎、气管炎、高血脂、乙肝、银屑病及因放疗引起的白细胞减少症等疾病^[1]。

虎杖的化学成分主要含蒽醌类,其中大黄素的含量较高。大黄素有抗病毒和抗癌作用^[1~3]。我们将虎杖粗粉用 95%乙醇加热回流提取,经柱层析分离或直接用吡啶、95%乙醇重结晶,两种方法分离均得一橙黄色针晶,其熔点为 255~256℃,薄层层析 $R_f=0.31$,MS 测定 M^+ 为 270,IR、NMR、MS 光谱鉴定与已知大黄素文献报道基本一致^[1,4],确定为大黄素。

提取和分离:取虎杖粗粉 12kg,用 95%乙醇加热回流,提取 2 次后过滤,合并滤液,减压浓缩至浸膏(约得浸膏 2kg),备用。取浸膏 200g,用少量 95%

乙醇加热溶解,加 10 倍量水稀释,再加硫酸调至 pH=2,搅拌均匀,静置 24h 抽滤,得一棕色粉末(40g)。a)取粉末 20g,用硅胶柱层析,以环己烷-丙酮(7:3)为洗脱剂,收集橙黄色段洗脱液,浓缩,待析出结晶后用吡啶、95%乙醇重结晶,得一橙黄色针晶,mp 为 255~256℃, $R_f=0.31$;b)另取棕色粉末 20g,直接用吡啶、95%乙醇重结晶,同样得到一橙黄色针晶,mp 255~256℃, $R_f=0.31$,2 种方法所得产品均为 5g 左右,测其混合熔点不下降。

参考文献

- 1 廖兴媛,等.中国医院药学杂志,1988,8(5):214
- 2 樊仑振.新疆中医药,1986(3):49
- 3 陈琼华,等.药学报,1980,15(2):65
- 4 中国人民解放军广字 173 部队防治慢性气管炎中草药研究组.中草药通讯,1974,(2):6

(1995-03-27 收稿)