

Studies on the Influencial Factors Affecting the Efficiency of Chinese Materia Medica Extraction

Hou Shixiang, Li Zhangwan, et al

Factors which influence the extraction of Chinese materia Medica were comprehensively studied, by extracting each single herb component in the compounded preparation Sinitang as the sample, and determining the extraction rate as well as the content of main active principle in each extract as the evaluation criteria. The general rule for the extraction of single herb material was then investigated. The results indicated that it is better to design the experiment in accordance with its characteristic object with selection of proper evaluation criteria to obtain an optimum process for the extraction of Chinese traditional drugs.

松果有效成分的研究

V. TLC-UV 法测定红松果多糖中木脂素含量

沈阳药科大学(110015)

李好枝* 袁晓斌**

深圳新加坡凯程集团

吕永俊

摘 要 红松果多糖经酸水解得到活性成分木脂素,用 GF₂₅₄ 薄层板,经二氯甲烷-乙醚混合溶媒展开,斑点洗脱后于 230nm 波长测定吸收值的 TLC-UV 法,木脂素在 2~70 μ g/ml 浓度范围内与吸收值呈线性。回收率在 100.2%~101.4%,RSD 为 6.5%。

关键词 红松果多糖 木脂素 TLC-UV 法

红松果多糖中含有一定量的木脂素。木脂素类物质具有抗癌、抗病毒和抑制细胞中期有丝分裂等活性。游离木脂素亲脂性,与糖结合亲水性增大,并易被酶或酸水解。裸子植物中木脂素主要由松柏醇组成⁽¹⁾。红松塔多糖中含有至少两种 lignin 物质(松柏醇和对-羟基桂皮醇,另报),其含量测定未见报道。有文献⁽²⁾采用薄层扫描法测定植物叶中的木脂素。本文设计用 TLC-UV 法测定红松塔多糖中木脂素含量获满意结果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂:WFZ-800D₂ 型紫外分光

光度计,微量注射器,LD4-2 型离心机,超声波清洗器 CX-250 型。

红松果多糖(自制),木脂素对照品(日本名古屋市立大学药学部提供)。

5%CMC-Na 水溶液、乙醚、二氯甲烷、甲醇、乙酸乙酯、氯仿、无水乙醇均为分析纯。硅胶 GF₂₅₄(化学纯)。

1.2 预试验及最大吸收波长的选择:称取木脂素对照品 1.5mg,溶于 10ml 无水乙醇中,超声振荡 30min,滤过,滤液用 WFZ-800D₂ 型紫外分光光度计在 200~400nm 波长范围内,每间隔 5nm 测定吸收值 A,绘制 A- λ 光

* Address: Li Haozhi, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang

** 本校 57 期药分专业毕业生

谱图,如图 1 所示,最大吸收波长为 230nm。

1.3 硅胶 GF₂₅₄薄层板的制备:硅胶 GF₂₅₄适量,加入 3 倍的 CMC-Na 水溶液,涂布于 5×20cm 的薄层板上,铺成 2.5g/板,室温干燥于 110℃活化 1h,贮于干燥器内备用。

1.4 红松果多糖中木脂素(粗品)的制备:称取红松果多糖 I 430.00mg、红松果多糖 II 421.96mg,分别加入 2mol/L H₂SO₄ 85ml,

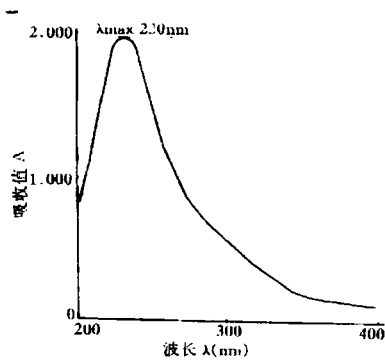


图 1 木脂素最大吸收波长的选择

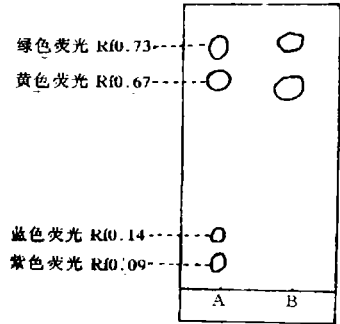


图 2 木脂素 TLC 图谱

表 1 木脂素溶液的稳定性考察

时间(h)	0	1	2	3	6	12	24.5
吸收度(A)	0.317	0.316	0.318	0.318	0.317	0.318	0.304

1.6 标准曲线的制备:低浓度曲线:精密称取木脂素对照品 1.42mg 置小玻瓶中,加入 1ml 无水乙醇,超声振荡使溶解。带状点样于 GF₂₅₄ 5×20cm 薄层层析板上,用少量无水乙醇反复洗涤小瓶,将洗涤液点于层析板上,以二氯甲烷-乙醚(4:1)溶液展开,经二次展开后,紫外灯下观察,画出木脂素部分,刮取 4cm 长的区带,置 15ml 离心管中,用移液管

加热回流水解 4h,冷却、过滤,水洗涤滤渣两次,105℃干燥 1h 称重,得木脂素(粗品),分别为 I 169.6mg,II 65.52mg。其木脂素(粗品)收率分别为 39.44%和 15.53%。

1.5 实验条件的选择

1.5.1 展开系统的选择:a)氯仿-乙酸乙酯-甲醇(2:7:0.5),b)二氯甲烷-乙醚(4:1)

操作:称取木脂素 I 50mg,溶于 1ml 无水乙醇中,超声振荡 30min,抽滤,滤液作为薄层分离的点样液(浓度为 5%)。取 GF₂₅₄薄层层析板两块,带状点样,分别点木脂素溶液 100μl,分别以上述展开剂展开。结果:二氯甲烷-乙醚展开的薄层在紫外灯下可见清晰的 4 个区带,而含有甲醇的极性展开剂则不能将各色带完全分离。故选择二氯甲烷-乙醚作为溶剂系统。

1.5.2 木脂素的检查:取木脂素对照品适量,配成 5%的乙醇溶液,与木脂素 I 溶液点于同一块 5×20cm 的 GF₂₅₄薄层板上,以二氯甲烷-乙醚(4:1)展开,紫外灯下观察,结果如图 2 所示。可见,样品 A 与对照品 B 两点相同,属于薄层层析分离的待测成分。

1.5.3 木脂素溶液稳定性考察:称取木脂素 I 1.0mg,加入 25ml 无水乙醇,溶解,滤过,取续滤液 10ml,在 0、1、2、3、6、12、24.5h,分别于 230nm 处测定其吸收值,结果如表 1。木脂素溶液在 12h 内吸收值稳定,不影响测定结果。

定量加入 10ml 无水乙醇,混匀、离心 2500r/min、15min),分别吸取上清液 0.10、0.30、0.70、0.90、1.20ml,置于 10ml 量瓶中,各加入无水乙醇适量,使稀释至 5ml,用漩涡器混匀后,用 WFZ-800D₂ 型紫外分光光度计测定吸收值。

空白液的制备:不点样,同上展开操作,刮下与样品相应位置的 GF₂₅₄,无水乙醇洗

脱,使得每一浓度的对照溶液对应于一份空白溶液。

高浓度曲线:另称取对照品 2.34mg,同

上操作,得一条高浓度标准曲线。结果见表 2。

表 2 标准曲线的测定

体积(ml)	低浓度(0.142mg/ml)					高浓度(0.234mg/ml)						
	0.10	0.30	0.50	0.70	0.90	1.20	0.50	0.70	0.90	1.10	1.30	1.50
相应浓度(mg/ml)	2.84	8.52	14.20	19.88	25.92	34.08	23.40	32.76	42.12	51.48	60.84	70.20
A	0.0150	0.069	0.110	0.163	0.217	0.299	0.201	0.270	0.336	0.392	0.455	0.527
	0.0150	0.070	0.132	0.163	0.217	0.300	0.202	0.269	0.337	0.393	0.454	0.526
	0.0140	0.068	0.124	0.163	0.220	0.299	0.202	0.268	0.336	0.393	0.54	0.527
$\bar{A}$	0.0150	0.069	0.121	0.163	0.219	0.299	0.202	0.269	0.336	0.393	0.454	0.527
回归方程	$A=0.008946\times C-0.0095$					$A=0.00683\times C+0.0439$						
相关系数	$r=0.9993$					$r=0.9995$						

1.7 回收率实验:分别称取 1.24mg 和 2.38mg 对照品,照标准曲线项下展开后,洗

脱。分别吸取两份洗脱后的溶液,每份 2ml,各稀释至 5ml,分别测定 A 值,结果见表 3。

表 3 回收率的测定结果

取样量(mg)	1.24		2.38	
吸取体积(ml)	2.0	2.0	2.0	2.0
对应浓度($\mu\text{g/ml}$)	50.40	50.40	95.20	95.20
吸收度(A)	0.389	0.390	0.700	0.702
测得浓度($\mu\text{g/ml}$)	50.53	50.67	96.06	96.50
回收率(%)	100.2	100.5	100.9	101.4

注:按高浓度标准曲线回归方程计算

1.8 精密度实验:精密称取对照品 9.10mg,配成 9.10mg/ml 的溶液,分别于 8 块薄层层析板上各点样 100 μl ,照标准曲线项下展开操作,结果 $\bar{x}=0.328$, $\text{RSD}=6.5\%$ ($n=8$)。

1.9 样品含量测定

1.9.1 木脂素(粗品)含量测定:分别称取木脂素 I 24.86mg、木脂素 II 25.58mg,各加无水乙醇 1ml,超声振荡使溶解。用微量注射

器取 100 μl ,带状点样于 GF₂₅₄薄层层析板上,吹干,以二氯甲烷-乙醚(4:1)混合溶剂上行展开约 17cm,取出凉干,置紫外灯下画出木脂素斑点位置,刮下色带,置 15ml 离心管中,加 10ml 无水乙醇,混匀,离心(2500r/min、15min),吸取上清液 2ml,加无水乙醇稀释至 5ml。同时取薄层随行空白,在 230nm 下测定吸收值,按线性回归方程计算木脂素浓度,结果如表 4 所示。

表 4 样品含量测定结果*

名称	木脂素 I,称量 24.86mg,浓度 99.44 $\mu\text{g/ml}$			木脂素 II,称量 25.58mg,浓度 102.32 $\mu\text{g/ml}$		
A	0.632	0.680	0.599	0.388	0.382	0.399
	0.632	0.679	0.602	0.387	0.384	0.390
	0.634	0.679	0.604	0.388	0.383	0.398
$\bar{A}$	0.633	0.679	0.602	0.388	0.383	0.396
测得浓度($\mu\text{g/ml}$)	86.25	92.99	81.71	50.38	49.65	51.55
木脂素粗品含量%	86.74	93.51	82.17	49.24	48.52	50.38
平均含量%	87.47			49.38		
红松果多糖中木脂数含量%	34.50			7.67		

* 每样品点 3 块板

1.9.2 松塔多糖木脂素含量计算按下式,结果见表4。

$$\text{木脂素含量}\% = \frac{\overline{W}_2 \times C}{\overline{W}_1} \times 100\%$$

式中 $\overline{W}_2$ -木脂素(粗品)重 $\overline{W}_1$ -松塔多糖重 C-木脂素(粗品)百分含量

2 讨论

- 2.1 一次展开后,分离对象未完全分开,故挥去溶剂后,再用同样溶剂作二次展开可得较好分离效果。
- 2.2 制备性薄层,采用横线状点样可加大薄

- 层板载样量。
- 2.3 绘制两条标准曲线以适用于含量不同的样品。
- 2.4 本法简便易行,样品溶液稳定,室温放置12h无变化。
- 2.5 该法对含有木脂素的药物及其制剂的质量控制提供了可行方法。

参考文献

1 王宪楷,等.天然药物化学.人民卫生出版社,1988.361

2 马辰,等.药学报,1992,27(12):934

(1995-09-07 收稿)

Studies on Effective Composition of Pinecone V. Determination of Lignin in Polysaccharides of Cone of *Pinus koraiensis* by TLC-UV method

Li Haozhi, Lu Yongjun, Yuan Xiaobin, et al

A TLC-UV method for the determination of lignin in polysaccharides of cone of *Pinus koraiensis* was reported. Active lignin was obtained by acid hydrolysis, and developed on GF-254 TLC-Plate by mixed Solvent of dichloro methane-ethylether. UV absorbance of the eluate was determined at 230nm. The concentration of lignin was linearly related to absorbance within the range of 2~70μg/ml. The recovery was 100.2%~101.4% and RSD was 6.5%.

麻杏石甘滴丸成型工艺的研究

湖南中医学院(长沙 410007) 何群* 邓清平**

摘要 采用正交试验法研究了麻杏石甘滴丸成型的较优工艺条件:提取物与基质配比为1:1.2,滴制温度95±1℃,滴速9滴/min,冷却剂温度6±1℃。

关键词 麻杏石甘滴丸 正交试验 工艺研究

麻杏石甘滴丸系由汤剂改成的新剂型,大量资料表明原方剂对治疗小儿肺炎、支气管炎、百日咳等咳嗽气急症疗效显著,制成滴丸剂目的是方便小儿吞服,便于携带、贮运。为探讨滴丸成型的最佳工艺条件,我们在初步试验的基础上采用正交试验法进行了实验研究。

- 1 仪器与材料
- 麻杏石甘提取物(自制);PEG6000(佛山市化工实验厂);液体石蜡(天津化学试剂二厂);滴丸机(自制)。
- 2 滴丸成型工艺^[1,2]
- 2.1 提取物与基质的配比:将麻杏石甘提取物与基质按不同比例混合制备滴丸,其它条

* Address: He Qun, Hunan College of Traditional Chinese Medicine, Changsha

** 为本院89级中药本科专题实习生