

图 1 中 a、b、c 分别为槲皮素、山柰酚、和异鼠李素,分别计算三峰面积在总面积中的比例,并由上述公式计算出总黄酮的百分含量。结果见表 1。

表 1 不同季节银杏叶中三种主要黄酮甙元的配比

采集时间 (月)	总黄酮 含量(%)	黄酮甙元配比(%)		
		槲皮素	山柰酚	异鼠李素
4	1.4	14	74	12
5	0.31	11	81	8
6	0.38	42	33	25
7	0.34	21	59	20
8	0.60	44	35	21
9	0.28	43	34	23
10	0.26	43	39	18
11	0.34	52	34	14

3 讨论

本文中的 HPLC 方法可以将银杏叶黄

酮的三个主要甙元很好地分离,为测定银杏叶总黄酮含量提供了一个有效的方法。由表 1 可见银杏叶总黄酮含量以芽期(4 月)最高,其次是 8 月的绿叶。这一结果与 A. Lobstein 等人的结果相一致。黄酮甙元在 4 月、5 月和 7 月以山柰酚为主,其他时期均以槲皮素为主,异鼠李素一直比例较小。因本试验中银杏叶只采于一棵树,有一定的局限性。采集不同地区、不同树龄的银杏叶样品,进行更深入的研究,将是我们下一步工作的目标。

参考文献

- 1 Lobstein A, et al. *Planta Med*, 1991, 57: 430
- 2 吴红菱,等. *中草药*, 1995, 26(8): 445
- 3 庄向平,等. *中草药*, 1992, 23(3): 122

(1996-05-20 收稿)

加热提取时间对柴胡皂甙 A 含量的影响

山东省中医药研究所(250014)
山东平阴阿胶厂

张玲* 时延增 徐新刚
杨福安 王京城 孟立新

摘要 考察了柴胡合理的加热提取工艺,以柴胡皂甙 A 为检测指标,采用薄层扫描法,测定了不同加热提取时间柴胡皂甙 A 的含量,并比较了不同提取工艺对挥发油提取率的影响。结果表明,柴胡加热提取时间不宜超过 6 h。

关键词 柴胡皂甙 A 薄层扫描法 柴胡皂甙

柴胡为常用中药,具有和解退热,疏肝解郁、升举阳气之功效。柴胡主要有效成分为柴胡挥发油及柴胡皂甙。在柴胡皂甙中,柴胡皂甙 A、D 含量最高,药理作用最为显著,具有明显的抗炎、解热、镇痛及保肝等作用;柴胡皂甙 B 药理作用较弱;柴胡皂甙 C 在体内无药理活性^[1]。据文献报道,柴胡皂甙 A、D 不稳定,在制剂过程中易转化成柴胡皂甙 B₁、B₂^[2,3],我们在研究柴胡制剂提取工艺时,发

现提取挥发油耗时较长,但提取时间延长会使柴胡皂甙 A 含量逐渐降低。为保证柴胡制剂质量及疗效,避免柴胡皂甙 A、D 的转化,我们采用薄层扫描法,以柴胡皂甙 A 为指标,考察了不同提取时间对柴胡皂甙 A 含量及挥发油提取率的影响,制定了合理的生产工艺。实验结果表明,柴胡加热提取时间不宜超过 6 h。

1 材料与仪器

* Address: Zhang Ling, Shandong Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

对照品:柴胡皂甙 A 由上海医药工业研究院提供。

药材:柴胡购于济南药材站。

仪器:CS-920 薄层扫描仪(日平岛津);PBQ-1 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);定量毛细管(美国 Drummond)。

2 方法与结果

2.1 柴胡挥发油提取工艺的确定:据文献报道,柴胡挥发油含量较低,约为0.01%~0.03%,而且提取时间较长,约需6~8 h^[4],考虑柴胡皂甙 A、D 在制剂过程中很不稳定,为此,比较了不同提取方法对柴胡挥发油提取率的影响。

2.1.1 直接提取:取柴胡 500 g,加入 8 倍量水,提取挥发油至尽,提取时间约为 8 h,收集蒸馏液,加乙醚萃取 3 次,挥去乙醚,称重。共取 3 份样品。

2.1.2 浸泡提取:取柴胡 500 g,加入 8 倍量水,浸泡 6 h 后,提取挥发油至尽,提取时间约为 3 h,余下按直接提取工艺操作,亦取 3 份样品,结果见表 1。

表 1 不同提取方法对柴胡挥发油提取率的影响

	挥发油重量(g)	含量(%)
浸泡工艺	1	0.14
	2	0.15
	3	0.17
直接提取工艺	1	0.17
	2	0.14
	3	0.16

2.2 不同加热提取时间对柴胡皂甙 A 的影响

2.2.1 样品的制备:工艺 I:(加热提取 4 h):柴胡加热提取 2 次,每次 2 h,滤过,浓缩,制成 1 mL 含 1 g 原药材的浓缩液,备用。

工艺 II:(加热提取 6 h):柴胡浸泡 6 h,提取挥发油至尽(约为 3 h),滤过,药渣加水煎煮 2 次,第 1 次 2 h,第 2 次 1 h,合并提取液,滤过,浓缩,制成 1 mL 含 1 g 原药材的浓缩液,备用。

工艺 III:(加热提取 8 h):取柴胡提取挥发油 4 h,滤过,药渣加水煎煮 2 次,每次 2 h,

合并提取液,滤过,浓缩成 1 mL 含 1 g 原药材的浓缩液,备用。

2.2.2 样品溶液及对照品溶液的制备:样品溶液的制备:精取上述不同工艺的浓缩液 10 mL,每个工艺各取 5 份,置小蒸发皿中,水浴蒸干,残渣以甲醇溶解,转移至 10 mL 量瓶中,并定容至 10 mL,摇匀,得不同提取时间的样品液。

对照品溶液的制备:精密称取 105℃干燥至恒重的柴胡皂甙 A 对照品 2.5 mg,以甲醇溶解,定容至 5 mL 量瓶中,作为对照品溶液。

2.2.3 层析条件:硅胶 G 薄层板:0.2%羧甲基纤维素钠,自动铺板器铺成厚 0.3 mm 的薄层板,105℃活化 1 h,置干燥器中备用。

展开剂:醋酸乙酯-乙醇-水(8:1.5:1)。

显色剂:2%对二甲氨基苯甲醛-硫酸(40%)。

2.2.4 仪器测定参数: $\lambda_s=525\text{ nm}$, $\lambda_R=700\text{ nm}$;反射锯齿形扫描;线性参数 $S_x=3$,狭缝宽度 1.2 mm×1.2 mm,扫描速度 20 mm/min,纸速 20 mm/min。

2.2.5 薄层层析:精密吸取以上 4 种样品溶液各 4 μL ,对照品溶液 2、4 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述条件展开,晾干,显色,热风吹干,薄层图谱见图 1。

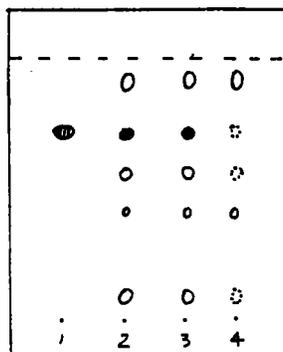


图 1 柴胡皂甙 A 对照品及样品的薄层图

1-柴胡皂甙 A 对照品溶液 2-工艺 I (4 h) 样品液
3-工艺 II (6 h) 样品液 4-工艺 III (8 h) 样品液

2.2.6 稳定性考察:将对照品溶液点于薄层板上,展开,挥干,显色,吹干,每隔1h测定对照品各斑点的面积值,结果表明,柴胡皂甙A斑点在1h内稳定。

2.2.7 精密度测定:同一斑点连续5次扫描测定,RSD=0.84%,同一薄层板上5个相同量的对照品溶液的斑点测得面积,计算变异系数RSD在1.73%~2.87%之间。

2.2.8 标准曲线的绘制:精密吸取柴胡皂甙A对照品溶液1、2、3、4、5 μ L,点于同一薄层板上,按上述条件进行层离扫描,以对照品浓度为横坐标,测得峰面积为纵坐标,作图。回归方程为 $Y=0.004X+0.7236$ 。相关系数 $r=0.9997$ 。结果表明,柴胡皂甙A浓度在0.5~2.5 μ g范围内与其峰面积值呈线性关系。

2.2.9 样品分析:精密吸取上述样品溶液各2 μ L,对照品溶液2、4 μ L,依法测定,结果见表1。

表1 不同提取时间样品中柴胡皂甙A的含量

样品	柴胡皂甙A含量(%)						
	1	2	3	4	5	\bar{C}	RSD(%)
工艺 I (4 h)	0.319	0.326	0.331	0.334	0.316	0.325	2.11
工艺 II (6 h)	0.307	0.298	0.294	0.297	0.305	0.301	1.74
工艺 III (8 h)	0.038	0.039	0.036	0.037	0.038	0.038	2.68

以上实验均为3次平行实验平均值每次 $n=5$ 。

2.2.10 回收率测定:精密称取提取6h样品液4份,其中3份加入一定量的柴胡皂甙

A标准品,按上述方法测定含量。经计算,平均回收率为99.73%。

3 结果与讨论

3.1 实验结果表明,加热提取时间对柴胡皂甙A含量影响较大,以不超过6h为宜。再随提取时间的延长,其含量逐渐降低。加热提取8h柴胡皂甙A已损失殆尽。因此,研制含有柴胡的制剂,应制定合理的加热提取时间。考虑到柴胡另一有效成分挥发油提取耗时较长,为同时保证挥发油及柴胡皂甙含量,我们采取了柴胡先浸泡工艺,缩短了挥发油提取时间,使提取挥发油完全,且柴胡皂甙A基本不受影响。

3.2 本实验由于未收集到柴胡皂甙D的对照品,故未能考察提取时间对其含量的影响。

3.3 中药成分复杂,因此在制定制备工艺时,应考虑各有效成分的性质及其在制剂过程中的变化,以保证制剂的质量及疗效。

致谢:柴胡皂甙A对照品由上海医药工业研究院罗思齐研究员惠赠。

参考文献

- 1 杜凯杰译. 国外医学(中医中药分册),1982,3(5):1
- 2 闻晓光,等. 中成药,1993,15(3):16
- 3 张文侠,等. 中药通报,1985,10(11):31
- 4 王伯俭. 中成药研究,1984,(8):6

(1996-11-13 收稿)

白术及其炮制品的多糖含量测定

浙江医科大学药学系(杭州 310006)

陈柳蓉*

浙江医科大学药厂

邵青 陆蕴**

摘要 用苯酚-硫酸法对各种白术炮制品的水溶性糖及还原糖进行了含量测定,为白术及其炮制品的品质评价提供了新的依据。

关键词 白术 炮制品 多糖 含量测定

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎,其主要成

* Address: Chen Liurong, Department of Pharmacy, Zhejiang Medical University, Hangzhou

** 浙江医科大学九五届毕业生