

花冠黄色素量是干重与含量(%)的乘积,即 $W_1=Y_1\times Y_2$ W_1 为黄色素量(g)。根据干重与黄色素含量的回归方程,求得黄色素量的回归方程为: $W_1=0.16504+0.22453X+0.02532X^2-0.02261X^3+0.00158X^4$, $r=0.9979$ 。根据函数极值的运算法则,求得 $W_{1最大}=0.6177g$, $X=2.9(d)$,即在开花第3天早晨6:06分采收时,黄色素量最高,超过此时间,黄色素量已经开始降低。

2.4.2 以采收腺苷为目的的采收期的确立:腺苷量是花冠干重与腺苷含量(%)的乘积,根据干重与腺苷含量的回归方程,求得腺苷量的回归方程为: $W_2=(0.5949+0.56525-0.09857X^2)\times e^{1.5136\cdot X}$, $X=[0,3]$, $r=0.9960$ 鉴于上述回归方程的性质及其自变量的定义域,显见只有当 $X=3.0$ 时,即开花第3天上午8:30采收,腺苷量达最高, $W_{2最大}=131.74\mu g$ 。

2.4.3 红花适宜采收期:根据红花干物质累积规律以及有效成分的动态变化规律,我们确立红花适宜采收期为开花第3天早晨6:06~8:30,其时间范围的两个端点,分别是黄色素与腺苷量最高时间。

3 结论和讨论

3.1 红花干物质累积规律以及黄色素和腺苷的动态变化规律,均符合一定的数学模型。干物质累积及黄色素含量变化符合 $Y=a+bX+cX^2$ 的一元二次方程;腺苷含量在开花第3天以前符合 $Y=ae^{bx}$ 的指数增长规律,在开花第3天后,则呈直线下降。这些变化规律的发现,对于红花采收期的确立,具有重要的参考价值。

3.2 确立药材采收期,须对其干物质累积及化学成分变化规律进行综合考虑,特别是当干物质累积与含量变化规律不一致时。采收黄色素为目的的采收期是干重与黄色素含量相乘时的最大值所对应的时间;采收腺苷为目的的采收期是干重与腺苷含量的乘积的最大值所对应的时间。我们的研究表明,红花适宜采收期在开花第3天早晨6:06~8:30的时间范围内,其时间的两个端点,分别是黄色素量和腺苷量最高的时间。

参考文献

1 黄正良,等. 中草药,1987,18(4):22
2 Hiroshi Kutsuna, et al. Yakugaku Zasshi ,1988, 108 (11):1101
3 刘发,等. 药学报,1992,27(10):785
4 郭美丽,等. 中国药杂志,1999

(1998-04-08 收稿)

刺梨总黄酮的含量测定

徐州市医学科学研究所(221006) 秦孟根
徐州市第二人民医院 舒伟

蔷薇科植物刺梨 *Rosa roxburghii f. normalis* Rehd et Wils. 产于云贵山区及江浙丘陵地带,民间有生食、熬糖等习惯。我所生产刺梨制剂对于I、II期高血压有较好降压作用,为控制其质量,我们以分光光度法测定了其总黄酮含量。

1 仪器与材料

751型紫外分光光度计,乙醇、三氯化铝、醋酸钾等均为市售AR级试剂,对照品芦丁购于南京康华科技实业公司;刺梨采自本市自然保护区森林公

园,经浙江自然博物馆鉴定,风干后打成粗粉备用。

2 实验部分

2.1 标准曲线制作:取经120℃恒重之芦丁对照品约15mg,精密称定,置于25mL容量瓶中,以少量乙醇微热溶解后,乙醇定容。精密吸取10mL,再次以乙醇定容于25mL,精密吸取0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL置于具塞试管中,分别加乙醇使成5mL,精密加入2.5% $AlCl_3$ 溶液3mL及10% KAc溶液5mL,摇匀后室温放置40min,随行空白,于420nm

处测定吸收值(D)。根据对照品毫克数(Y)及吸收值D可得回归方程式 $Y=4.081\times 10^{-3}+0.5192D$, $r=0.9999(n=5)$ 。

2.2 样品溶液制备:取刺梨粗粉约5 g,精密称定,置索氏回流器中以乙醇回流提取4 h,滤过得醇液,小心于80℃恒温水浴蒸除乙醇至大约10 mL时,定量转移到25 mL容量瓶中,以乙醇定容备用。

2.3 样品总黄酮含量测定:精密吸取上述样品液0.1 mL置于具塞刻度试管中,加乙醇使成5 mL,摇匀后精密加入2.5% $AlCl_3$ 溶液3 mL及10% KAc溶液5 mL,摇匀后,室温放置40 min,于420 nm处

测定吸收值 $D_{\#}$ 。根据回归方程计算样品总黄酮含量,见表1。

表1 刺梨中总黄酮含量测定结果

样品称重(g)	样品吸收值(D)	样品含量(%)
$W_1=5.1826$	0.670	1.697
	0.667	1.690
	0.670	1.697
$W_2=5.1515$	0.660	1.683
	0.657	1.675
	0.660	1.683

(1998-03-31 收稿)

叶绿素铜钠盐制备工艺的改进

南京中医药大学文献所(210029) 尹 莲*

叶绿素衍生物制备成盐,具有特殊的稳定性和独特的功能^[1],耐光性好,色泽绿亮,食品、化工等行业用作着色剂;临床上治疗传染性肝炎等^[2]。

我国主要以蚕砂为原料提取叶绿素制备叶绿素铜钠盐。国内外制备叶绿素铜钠盐的工艺由于使用设备的规模和特点不同而有区别^[3],主要有两种典型工艺,一种是先皂化后铜代,另一种是先铜代后皂化。工艺中均将浸提和皂化工序分开进行。叶绿素不稳定,在浸提过程中,见光、受热时间长易被破坏。本文对现有制备叶绿素铜钠盐工艺进行了改进,将浸提和皂化工序合并,产品的纯度及得率得到满意的结果。

1 新工艺

1.1 工艺路线:蚕砂→浸提皂化→过滤浓缩→酸化铜化→置钙去杂→成盐干燥

a)浸提:1 kg 40目蚕砂粉末,加水软化,用95%乙醇2 500 mL浸没,加10% NaOH溶液,70℃左右的水浴浸提,抽滤,滤渣再浸提两次,合并滤液。

b)浓缩去杂:滤液在80℃左右水浴真空浓缩至原体积的一半,用等体积的石油醚萃取不皂化物,至石油醚层无色。

c)酸化置铜:取下层皂化液,加入10%硫酸铜溶液,调pH2~3,置沸水浴中,铜叶绿酸沉淀或漂浮

水面。

d)置钙去杂:将铜叶绿酸用热水洗涤,加入10% $Ca(OH)_2$ 溶液,调pH10~11,加热至60℃~80℃,搅拌20 min冷却过滤,沉淀用水洗涤4~5次,再用1%盐酸溶解沉淀,调pH为2~3,用水和30%~50%乙醇洗涤2~3次,得纯净的铜叶绿酸。

e)成盐:将纯净的铜叶绿酸用乙醇溶解,加入10%NaOH溶液,调pH11,过滤,水洗2~3次,真空干燥得墨绿色叶绿素铜钠盐粉末10.6 g。

1.2 理化指标检测:各项理化指标参照国家标准^[4]。

2 结果与分析

2.1 产品质量:将叶绿素铜钠盐产品与市售的样品紫外分光光谱图比较,最大吸收峰分别在 $\lambda_{400}\sim 410$ nm、620~630 nm处,说明样品组成基本一致,各项理化指标均达到国家标准(表1)。说明改进的新工艺方法可行。

2.2 产品纯度:见表1

新工艺用碱性乙醇溶液提取叶绿素时,木质素,纤维素及蛋白质等物质会随之浸出,因此,增加了置钙纯化工序,即利用铜叶绿酸与 Ca^{2+} 在碱性条件下生成不溶性的叶绿素铜钙,而在pH为2~3时又转变成铜叶绿酸这一特性,有效地去除杂质,制备

* 尹 莲 36岁,助研,硕士学位。原在南京生物化学制药所从事天然产物制备工艺的研究,1996年调入南京中医药大学文献所从事中草药化学成分文献工作。主要科研成果有:茶叶主要品质成分紫外光谱法的快速测定、茶叶品质的快速模糊综合评判、茶多酚制备工艺的优化、叶绿素及其多种衍生物的制备、壳聚糖的制备及其在果品上的保鲜等。目前参加《中华本草》等书的编写工作。