

根素的分离

3.2 葛根素为含碳-碳苷的葡萄糖衍生物,在酸性水溶液中很难水解,而葛根总黄酮中的葛根素衍生物和大豆苷元衍生物在酸性条件下都能被水解成葛根素和大豆苷元,据此可以把总提取物中的异黄酮主要转化成葛根素和大豆苷元,这样不仅有利于提高葛根素和大豆苷元的产率,更有利于两者的分离与纯化。

3.3 水解后的酸性溶液中,葛根素和大豆苷元以钾盐的形式存在,葛根总黄酮中的其它酸性成分和

脂溶性成分以沉淀的形式存在,过滤可以除去。

3.4 该工艺从葛根中提取分离葛根素和大豆苷元,操作简便,步骤少,容易实现产业化。

参考文献

- 1 方启程,等. 中华医学杂志, 1974, 54(5): 271
- 2 Jun-ri Kinjo, *et al.* Chem Pharm Bull, 1987, 35(12): 4846
- 3 郭建平,等. 中草药, 1995, 26(10): 552
- 4 上海卫生局编. 上海市药品标准. 上海: 上海科学技术出版社, 1993 288, 289

(1999-01-25收稿)

黄连上清丸质量控制

天津中医学院(300193) 张丽娟* 宋新波 夏广萍 李 锦
天津中医研究所 郭俊华

黄连上清丸由天津达仁堂制药厂生产,为传统中成药大蜜丸。用于上焦风热,头晕脑胀,牙龈肿痛,口舌生疮,咽喉红肿,耳痛耳鸣,暴发火眼,大便干燥,小便黄赤等症。对黄连上清丸进行显微鉴定,检出其主要组成药物 17种,避开交叉,排除干扰,描述各药具鉴别价值的显微特征,并绘图。同时进行薄层析,检出其中川芎和甘草,与显微鉴定结论吻合,为黄连上清丸质量控制提供参考。

1 显微鉴定^[1]

① 黄连: a)石细胞: 鲜黄色,类长方形,边缘不平整,直径约 $31\mu\text{m}$,长 $65\mu\text{m}$,壁厚 $10\sim 14\mu\text{m}$,层纹明显,纹孔小,孔沟细。 b)韧皮纤维: 鲜黄色,较短,纺锤形,末端钝圆,长 $102\sim 105\mu\text{m}$,直径 $15\sim 20\mu\text{m}$,壁厚,纹孔较稀,孔沟较粗。

② 栀子: a)种皮石细胞: 淡黄色,类长方形,直径约 $61\mu\text{m}$,长约 $112\mu\text{m}$,壁厚约 $24\mu\text{m}$,呈瘤状伸入胞腔;孔沟较宽,末端常膨大呈囊状;胞腔不规则,充满棕色物。 b)果皮表皮细胞: 淡黄色,表面观呈类长方形或方形,垂周壁稍厚,胞腔内含棕色物。

③ 连翘: 石细胞,绿色,胞腔黄棕色,类长方形,直径约 $34\mu\text{m}$,壁厚 $12\sim 14\mu\text{m}$,长约 $71\mu\text{m}$,一侧壁较薄。

④ 蔓荆子: 外果皮细胞,表面观呈类多角形,表面具细密角质条纹,可见圆形毛茸脱落痕。

⑤ 防风: a)油管: 多破碎,管道中含黄棕色条块状分泌物,直径约 $20\mu\text{m}$,周围薄壁细胞细长而皱

缩,细胞界限不明显。 b)韧皮薄壁细胞: 纵长,末端渐尖,多不完整,直径 $14\sim 17\mu\text{m}$ 壁薄。

⑥ 荆芥穗: a)非腹毛: 基部直径约 $17\mu\text{m}$,长约 $78\mu\text{m}$,壁稍厚,上部细胞具细小疣状突起,下部一细胞有角质纵条纹。 b)果皮石细胞: 黄色,表面观呈类多角形,直径约 $21\mu\text{m}$,垂周壁深波状弯曲,纹孔稀疏。

⑦ 白芷: 草酸钙簇晶,存在于薄壁细胞中,呈圆簇状或类圆形,半透明,直径 $7\sim 9\mu\text{m}$ 。

⑧ 黄芩: a)石细胞: 淡黄色,呈椭圆形,直径约 $37\mu\text{m}$,长 $68\mu\text{m}$,壁厚约 $11\mu\text{m}$,孔沟有的较宽。 b)韧皮纤维: 淡黄色,呈梭形,两端稍钝圆,长约 $68\mu\text{m}$,直径约 $17\mu\text{m}$,壁甚厚,孔沟明显。

⑨ 菊花: 花粉粒,黄色,类圆形,直径 $24\sim 25\mu\text{m}$,表面有网状纹饰并有刺,刺长约 $3\mu\text{m}$ 。

⑩ 薄荷: 叶片碎片,下表皮细胞垂周壁弯曲,气孔较多,副卫细胞 2个,直轴式。

⑪ 大黄: 草酸钙簇晶,较大,直径 $37\sim 54\mu\text{m}$,棱角多明显,短钝。

⑫ 黄柏: a)晶鞘纤维: 鲜黄色,成束,直径约 $24\mu\text{m}$,壁极厚,孔沟一般不明显,胞腔线形。含晶细胞密集。 b)石细胞: 鲜黄色,呈不规则分枝状,形大,长约 $149\mu\text{m}$,壁较薄,胞腔甚大,层纹明显,孔沟较少。

⑬ 桔梗: 菊糖,用乙醇装片,菊糖团块类圆形或不规则形,有的有放射状纹理。

⑭ 川芎: 木栓细胞,黄棕色,表面观呈类多角形

* Address Zhang Lijuan, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin

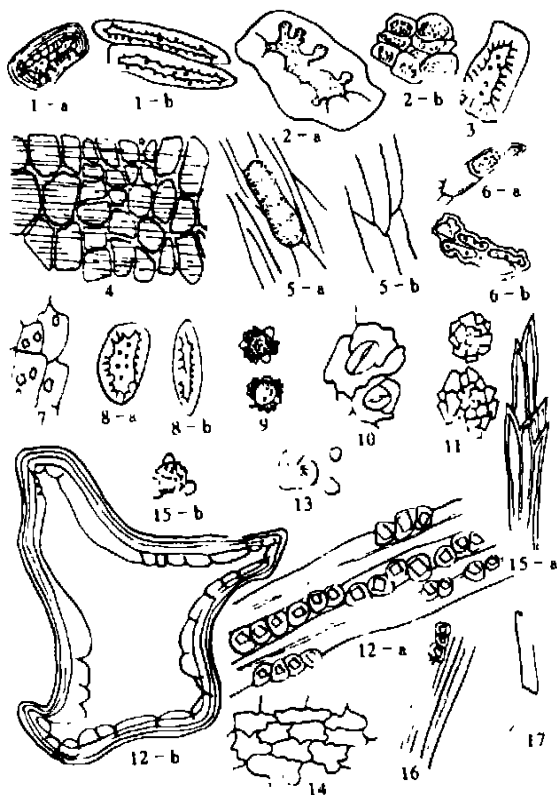
或长方形,壁薄,微波状弯曲。

⑮旋覆花^[2]: a)冠毛: 为多列性非腺毛,边缘细胞稍向外突出。 b)花粉粒: 黄色,类球形,直径约 24 μm ,外壁有刺,长约 3 μm ,具 3个萌发孔。

⑯甘草: 晶鞘纤维,淡黄色,直径约 10 μm ,壁极厚,孔沟不明显,胞腔线形,包绕有含晶细胞。

⑰石膏^[2]: 晶体碎片,无色透明,纤维状 见图 1

1



1-a黄连石细胞 b-韧皮纤维 2-a栀子种皮石细胞 b-果皮表皮细胞 3-连翘石细胞 4-蔓荆子外果皮细胞 5-a防风油管碎片 b-韧皮薄壁细胞 6-a-荆芥穗非腺毛 b-果皮石细胞 7-白芷草酸钙簇晶 8-a黄芩石细胞 b-韧皮纤维 9-菊花花粉粒 10-薄荷叶片碎片 11-大黄酒酸钙簇晶 12-a黄柏晶鞘纤维 b-石细胞 13-桔梗菊糖 14-川芎木栓细胞 15-a旋覆花冠毛 b-花粉粒 16-甘草晶鞘纤维 17-石膏晶体碎片

图 1 黄连上清丸显微特征图

2 薄层色谱鉴别

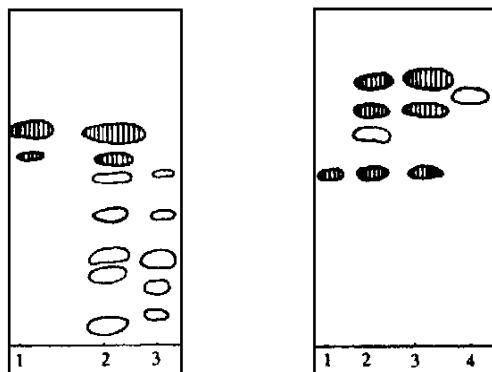
2.1 川芎: 样品液: 取黄连上清丸 2丸 (12 g), 粉碎, 加硅藻土 18 g, 研匀, 加乙醚 60 mL, 超声提取 25 min, 过滤, 滤液挥干乙醚, 残渣以乙酸乙酯 1 mL 溶解, 即得。

阴性对照液: 按处方量自制缺川芎的成药 12 g, 与样品平行操作, 同法制备。

川芎药材对照液: 取川芎药材 0.5 g, 粉碎, 加乙醚 4 mL, 之后与样品同步提取, 滤液挥干乙醚, 残渣

加乙酸乙酯 1 mL 溶解, 即得。

吸取川芎药材对照液、样品液、阴性对照液各 3 mL, 分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯 (9: 1) 为展开剂, 以氨水碱化环境后展开, 展距 9 cm 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365 nm) 下检视。结果显示: 在样品色谱中, 与对照药材色谱相应的位置上有两个相同的亮蓝色荧光斑点, 而阴性对照色谱则无^[3]。见图 2



川芎: 1对照药材
2黄连上清丸
3阴性对照药材

甘草: 1甘草酸铵 2对照药材
3黄连上清丸
4阴性对照药材

图 2 样品薄层色谱

2.2 甘草: 样品液: 取黄连上清丸 2丸 (12 g), 粉碎, 加硅藻土 18 g, 研匀, 加石油醚 200 mL, 加热回流提取 2 h, 过滤, 滤渣以 50% 的乙醇 200 mL 加热回流提取 3 h, 过滤。取滤液 50 mL 浓缩至 20 mL, 取浓缩液 5 mL, 加水 2.5 mL, 以 10% 氨水碱化后用氯仿提取 3 次, 每次 10 mL 合并氯仿液, 蒸干。残渣用乙醇 2 mL 溶解, 即得。

阴性对照液: 按处方量自制缺甘草的成药 12 g, 与样品平行操作, 同法制备。

甘草药材对照液: 取甘草药材 0.2 g, 粉碎, 加乙醚 25 mL, 之后与样品同步提取, 蒸干氯仿后, 残渣用乙醇 2 mL 溶解, 即得。

甘草酸铵对照液: 取甘草酸铵标准品 2 mg, 加乙醇 1 mL 溶解, 即得。

吸取甘草酸铵对照液、甘草药材对照液、样品液、阴性对照液各 3 μL , 分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水 (6: 1: 3) 为展开剂, 展开, 展距 9 cm, 取出, 晾干, 以 1% 碘的四氯化碳溶液喷雾显色, 烘至斑点显色清晰。在日光下观察, 结果显示: 样品色谱中, 与甘草酸铵色谱相应的位置上有一相同的黄色斑点; 与甘草药材色谱相应的位置上有 3 个相同的黄色斑点, 而阴性对照色谱

则无^[4]。见图 2

参 考 文 献

- 1 徐国钧,等. 中药材粉末显微鉴定. 北京: 人民卫生出版社, 1986
- 2 李家实,等. 中药鉴定学. 上海: 上海科学技术出版社, 1997
358 657

- 3 中华人民共和国药典. 一部. 广州: 广东科技出版社, 1995 374
- 4 沙世炎. 中草药有效成分分析法. 北京: 人民卫生出版社, 1982
86

(1999-07-13收稿)

肾舒冲剂澄清工艺的研究

南京军区南京总医院 (210002)
上海中医药大学

王曙东 宋炳生 周 军
陶建生

肾舒冲剂为卫生部药品标准收载,采用水提醇沉工艺制备。本实验分别用壳聚糖、乙醇对其水提液作澄清处理,以处方中主药黄柏所含成分小檗碱为指标,进行含量比较,并以正交设计法优选壳聚糖的最佳澄清工艺。

1 药品、试剂和仪器

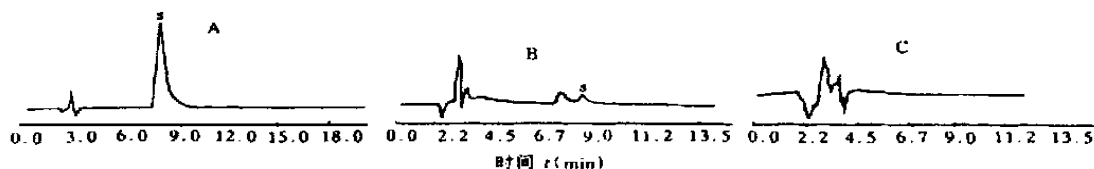
中药材购自上海市药材公司;小檗碱对照品购于中国药品生物制品检定所;壳聚糖购于华东理工大学理学院华凯科技贸易公司,用 1%醋酸配成 1%壳聚糖溶液;所用试剂均为 AR

仪器: 色谱仪系统包括 UV200紫外可变波长检测器, P200高压恒流泵(大连化物所), GJ-605型高压六通进样阀(进样杯体积 20 μ L), WDL-95色谱工作站(国家色谱中心), 色谱柱: Spherisorb C₁₈ 5 μ m 4.6 mm $\times$ 250 mm(大连化物所)。

2 小檗碱的含量测定方法

2.1 色谱条件: 流动相为乙腈-0.04 mol/L H₃PO₄ (42: 58), 检测波长 349 nm, 流速 1.0 mL/min, 柱温: 室温。色谱图见图 1

2.2 标准曲线: 精密称取 105 $^{\circ}$ C干燥至恒重的小檗



A-对照品 s-小檗碱 B-肾舒冲剂 C-空白

图 1 样品色谱图

碱 2.4 mg于 10 mL容量瓶中,加甲醇溶解至刻度,为 240 μ g/mL对照品溶液。取 5 mL加甲醇至 10 mL得 120 μ g/mL对照品溶液,分别取 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 mL于 10 mL容量瓶中,加甲醇至刻度。液相色谱仪测定,进样量 20 μ L,以对照品浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为: $Y = 26\,309.60X - 355.42$, $r = 0.9998$,小檗碱在 1.2~19.2 μ g/mL范围内峰面积与进样浓度呈线性关系。

2.3 精密度试验: 精密吸取小檗碱对照品液 (0.03 μ g/mL) 0.5 mL于 10 mL容量瓶中,加流动相至刻度,连续进样 5次,每次 20 μ L,得平均峰面积值为 48 122, RSD 为 0.60%。

2.4 重现性试验: 平行取处方水煎液 10 mL(相当含黄柏 2 g)5份于三角瓶中,水浴挥干,依法测定峰

面积,得小檗碱面积均值为 402 320, RSD 为 2.50%。

2.5 回收率试验: 精密吸取已知小檗碱含量的水煎液,精密加入小檗碱对照品,依法测定,结果回收率为 89.99%, $RSD = 3.9\%$ ($n = 4$)。

3 不同澄清液澄清工艺的比较

3.1 不同澄清剂的澄清工艺: 取处方水提液 10 mL(相当含黄柏 2 g)各 3份,按下述方法分别处理: 1号: 40%乙醇沉淀,过滤,滤液水浴挥干; 2号: 40%壳聚糖溶液沉淀, 80 $^{\circ}$ C水浴加热片刻至澄清,过滤,滤液水浴挥干; 3号: 未经任何澄清处理,直接水浴挥干。

3.2 样品处理与测定结果: 取上述样品分别加入 10 mL氯仿,超声提取 10 min,过滤,挥干氯仿,残渣甲醇溶解并定容 10 mL,取 50 μ L加入 150 μ L流