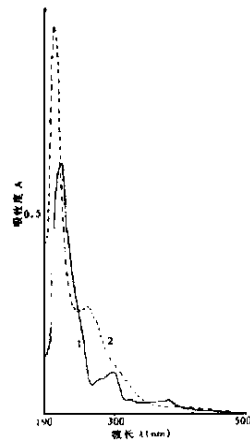


3 桃儿七的理化鉴别

- 3.1 盐酸-镁粉反应(黄酮):取桃儿七根粉末 1 g, 加 10 mL 乙醇, 超声震荡 25 min, 滤过。取滤液 1 mL, 加盐酸 0.5 mL 和镁粉适量, 溶液渐显红色。
- 3.2 荧光反应: 取上述滤液 1 滴, 点于定性滤纸, 挥干, 置 365 nm 紫外灯下检视显灰黄色荧光; 经氨蒸气熏后, 荧光加强。
- 3.3 三氯化铁反应(检查鞣质):取上述滤液 1 mL 加三氯化铁试剂 2~3 滴, 溶液显墨绿色。
- 3.4 异羟肟酸铁反应(检查酯类成分):取桃儿七粉末 0.5 g, 加乙醚 10 mL, 超声震荡 20 min, 滤过。取滤液浓缩至 1 mL, 加 7 % 盐酸羟胺甲醇溶液 2~3 滴和 20 % 氢氧化钾乙醇溶液 3 滴, 水浴微热, 放冷, 加稀盐酸调节 pH 至 3~4, 再加 1 % 三氯化铁乙醇溶液 1~2 滴, 下层溶液显紫红色。
- 3.5 紫外光谱特征: 取桃儿七粉末 0.1 g, 加乙醇 20 mL, 超声震荡 20 min, 滤过。取滤液以乙醇稀释至 100 mL, 并以同批溶剂为空白, 在 UV-260 紫外分光光度计 190~500 nm 扫描测定。最大吸收峰为: 214.2, 287.8, 361.0 nm(图 7)。铁筷子按上述各项理化鉴别条件进行操作, 反应结果见表 1。

4 讨论



1-桃儿七 2-铁筷子
图 7 紫外光谱特征

4.1 桃儿七根横切面上, 初生维管束原生木质部通常为五原型。经观察, 有少数根为四原型或六原型; 有时在同一根内, 由前端至基部, 原生木质部从四原型渐变成五原型或变成六原型。对桃儿七根横切面鉴别时, 应注意根内原生木质部的不同变化情况。

4.2 桃儿七根茎横切面维管束环列一圈, 中心有髓, 属一般双子叶草本植物根茎构造。

其根茎上残存的茎基横切面维管束多数, 呈近散生状, 无髓, 类似单子叶植物茎的散生维管柱。地上茎基和地下茎横切面的不同点, 可作为桃儿七生药鉴别的依据。

参 考 文 献

1 中华人民共和国药典. 一部. 1977: 470
2 中国医学科学院药物研究所. 中药志. 第一册. 1979: 246
3 彭 强. 中药材, 1991, 14(3): 20

(1999-08-11 收稿)

中药萱草根的采收期研究

天津药物研究院(300193) 任 涛* 张铁军

摘 要 利用分光光度法和薄层扫描法对中药萱草根不同采收期的各类蒽醌类成分及大黄酸含量进行了测定, 结果表明: 萱草根的最佳采收时期是花前期, 这一时期根中的有效成分含量较高。
关键词 萱草根 采收期 蒽醌类化合物 大黄酸 含量测定

萱草根为传统中药, 具有清热凉血、利尿通淋的作用, 用于治疗水肿、小便不利、淋浊、带下、黄疸、便血、崩漏等症。其基源为百合科萱草属植物萱草 *Emerocallis fulva* 及同属其它几种植物的根及根茎。据报道, 该属植物根中含有多种蒽醌类化合物^[1]。不同采收期对中药材的质量影响很大, 关于萱草根的采收期, 明代《本草品汇精要》云: “五月取花, 八月采根。”应指 8, 9 月份。建国后的中药典籍及标准, 包括《中华人民共和国药典》七七版、《中华人民

共和国卫生部药品标准·中药材》第一册中均规定为“春、秋二季采挖。”《中药志》载“7~9 月花后挖取根部”。为确定其最佳采收期, 我们以栽培萱草为样品, 以大黄酸及各类蒽醌类成分为指标, 对其采收期进行了研究, 为确定最佳采收期提供了参考。

1 材料及仪器

1.1 药材: 萱草 *H. fulva* 根及根茎系采自天津南开大学院内, 从 3 月 17 日~9 月 17 日, 每隔一个月采集一次, 共 7 个样品。原植物经鉴定无误, 标本存

* Address: Ren Tao, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin
任 涛 男, 1993 年毕业于北京中医学院中药制药专业, 获学士学位。职称: 助理研究员。研究方向: 植物资源、中药新药及保健食品开发研制 3 个领域的科研工作。参加完成“八·五”重点技术攻关项目“中药混乱品种整理——萱草根”的研究, 通过国家鉴定并获多项奖励。研制中药新药 9 项, 其中 类中药新药一项, 类中药新药六项, 类中药新药二项。开发研制保健食品 14 项, 其中三项已受理发明专利。

放于天津药物研究院标本室。

1.2 751 型分光光度计(上海分析仪器厂;CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津;CAMAG 自动点样仪(瑞士;1,8-二羟基蒽醌对照品;大黄酸对照品(中国药品生物制品检定所。

所用化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果^[2]

2.1 总蒽醌类成分的含量测定

2.1.1 标准曲线的绘制:精密称取 1,8-二羟基蒽醌对照品 3.3 mg,乙醚溶解于 25 mL 量瓶中并稀释至刻度。分别吸取上述溶液 1,2,3,4,5 mL 于 25 mL 量瓶中,挥尽乙醚,加 5% NaOH-2% NH₄OH 混合碱液溶解并稀释至刻度,摇匀。以混合碱液为空白对照,用 751 型分光光度计于 535 nm 处测定吸光度,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标作图,结果浓度在 0.005 28~0.026 4 mg/mL 范围与吸光度呈良好的线性关系。回归方程为:

$$Y = 0.046\ 2X + 0.003\ 1 \quad r = 0.999$$

2.1.2 游离蒽醌的含量测定:称取 3~9 月不同采收期的萱草根粉末各 5 g,精密称定,分别置索氏提取器中,用甲醇提取至无色,回收部分甲醇并用甲醇定容于 100 mL 量瓶中。精密吸取上述甲醇液 10 mL,蒸干甲醇,用蒸馏水溶解,用乙醚萃取数次至乙醚层无色。再用 5% NaOH-2% NH₄OH 混合碱液 20,10,10 mL 萃取,合并碱液,置于 50 mL 量瓶中,加混合碱液至刻度,摇匀,用垂熔漏斗滤过,弃去初滤液,收集续滤液,用分光光度计于 535 nm 处测定吸光度,计算含量,结果见表 1。

表 1 不同采收期萱草根中蒽醌类化合物的含量(%)

采收 月份	游离 蒽醌	氧化型 蒽醌	结合型 蒽醌	蒽醌 衍生物	还原型 蒽醌
3	0.023 8	0.056 0	0.032 2	0.101 0	0.045 0
4	0.045 1	0.079 34	0.034 2	0.120 5	0.041 1
5	0.085 6	0.114 9	0.029 3	0.161 2	0.046 3
6	0.071 4	0.087 6	0.016 2	0.168 0	0.080 4
7	0.075 8	0.108 3	0.032 5	0.159 2	0.050 9
8	0.061 9	0.094 9	0.033 0	0.104 9	0.010 0
9	0.067 6	0.071 1	0.003 5	0.075 8	0.004 7

2.1.3 氧化型蒽醌的含量测定:精密吸取上述样品甲醇液 10 mL,挥干甲醇,加 2.0 mL 蒸馏水,0.2 mL 盐酸于沸水浴中水解 30 min,立即冷水冷却,用乙醚萃取,至乙醚层无色,用混合碱液 20,10,10 mL 萃取,合并碱液置于 50 mL 容量瓶中,加混合碱至刻度,摇匀,用垂熔漏斗滤过,弃去初滤液,收集续滤液,用分光光度计于 535 nm 处测吸光度,计算生药中氧化型蒽醌的含量,结果见表 1。

2.1.4 结合型蒽醌的含量:结合型蒽醌的含量等于氧化型蒽醌的含量减去游离蒽醌的含量(表 1。

2.1.5 蒽醌衍生物的含量测定:精密吸取上述甲醇液 10 mL,挥干甲醇,加 2 mL 蒸馏水溶解残渣,加 0.5 mL 40% FeCl₃溶液,于沸水中加热 20 min,然后再加盐酸 0.2 mL,再于沸水浴中加热水解,不断振摇,30 min 后立即取出冷水冷却,用乙醚萃取数次,至乙醚层无色,再用混合碱液 20,10,10 mL 萃取,合并碱液并定容于 50 mL 量瓶,摇匀。用垂熔漏斗滤过,弃去初滤液,收集续滤液,用分光光度计于 535 nm 处测吸光度,计算蒽醌衍生物含量(表 1。

2.1.6 还原型蒽醌的含量:还原型蒽醌含量即蒽醌衍生物的含量减去氧化型蒽醌的含量,结果见表 1。

2.2 大黄酸的含量测定:实验表明:大黄酸是萱草根的利尿有效成分,我们运用薄层扫描法对 3~9 月各采收期的萱草根中的大黄酸含量进行测定。

2.2.1 供试品溶液的制备:精密称取上述药材粉末 4 g,置索氏提取器中,用甲醇回流提取至无色,回收甲醇至干。残渣加水 20 mL 溶解,用乙醚萃取数次,至乙醚层无色,再用 5% NaOH-2% NH₄OH 萃取 3 次,碱液层用稀 HCl 调至 pH<2,用氯仿萃取至氯仿层无色,用蒸馏水洗涤氯仿液至中性,加少量无水硫酸钠脱水至澄清,浓缩,置于 10 mL 量瓶中,用氯仿稀释至刻度,供测试用。

2.2.2 对照品溶液的制备:精密称取大黄酸对照品加氯仿-甲醇(1:1 溶解制成每 1 mL 含 0.1 mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.2.3 薄层扫描条件:反射式线性扫描;λ_s=435;λ_R=600;S_x=3。

2.2.4 线性关系的考察:用自动点样仪分别将对照品液 1,2,3,4,5,6 μL 点于高效硅胶 G 薄层板上,以苯-乙酸乙酯-石油醚-甲酸(15:5:5:0.3 为展开剂,展开,取出,晾干,以点样量为横坐标,斑点峰面积积分值为纵坐标作图。大黄酸在 0.08~0.48 μg 范围内与峰面积呈良好线性关系。回归方程为:

$$Y = 3\ 753.09X + 205.6 \quad r = 0.999\ 2$$

2.2.5 稳定性试验:将大黄酸对照品溶液点于薄层板上,展开,每间隔一定时间测定一次斑点面积积分值。结果表明:测定值在 4 h 内稳定。

2.2.6 回收率试验:加样回收测定 5 次回收率为 96.03%,RSD 为 1.20%。

2.2.7 样品测定:分别吸取供试品溶液 5 μL,对照品溶液 2,4 μL,间隔点于同一薄层板上,按线性关系考察项下方法,展开,取出,晾干,扫描测定。按外

标两点法计算样品中大黄酸的含量, 结果见表 2。

表 2 不同采收期萱草根中大黄酸的含量($n=3$)

采收月份	含量(%)			平均值(%)	RSD(%)
3	0.004 997	0.004 837	0.004 919	0.004 918	1.63
4	0.017 05	0.016 95	0.017 28	0.017 09	0.989
5	0.025 73	0.025 14	0.026 45	0.025 77	2.55
6	0.017 63	0.017 63	0.017 61	0.017 62	0.001
7	0.012 94	0.012 12	0.012 75	0.012 60	3.14
8	0.011 17	0.011 05	0.011 86	0.011 36	3.85
9	0.012 92	0.013 92	0.013 81	0.013 55	4.04

4 讨论

不同采收期测定结果表明:

游离蒽醌的含量: 5 月> 7 月> 6 月> 9 月> 8 月> 4 月> 3 月; 氧化型蒽醌的含量: 5 月> 7 月> 8 月> 6 月> 4 月> 9 月> 3 月; 还原型蒽酯的含量: 6 月> 7 月> 5 月> 3 月> 4 月> 8 月> 9 月; 结合型蒽醌的含量: 4 月> 8 月> 7 月> 3 月> 5 月> 6 月> 9 月; 蒽醌衍生物的含量: 6 月> 5 月> 7 月> 4 月> 8 月> 3 月> 9 月; 大黄酸的含量: 5 月> 6 月> 4 月> 9 月> 7 月> 8 月> 3 月。

综合分析各采收期成分的含量, 认为 5、6 月份

有效成分普遍含量较高, 仅结合型蒽醌在此期含量相对较少。按天津的物候期, 5、6 月份萱草的花前期, 此期采集药材较为适宜, 而在花枯期及苗前期则含量较少。可能与开化对营养的消耗, 以及越冬宿根营养的消耗及抽发新苗、新根对老根的营养消耗有关。但栽培萱草及黄花菜又多以花为观赏及食用, 因此采根与采花是一对矛盾, “本草”虽记述采收期为 8 月(农历), 但载: “五月取花, 八月采根。”说明定此采收期是顾及“花”、“根”兼用。建国后《中药志》上载“春秋二季采挖”; 亦可能是兼顾花(食)、根(药用), 春季移栽前取根及秋季花后期取根。但从我们的采收期研究表明, 取根药用的最好时期是花前期, 这一时期根中的有效成分含量较高。野生种及非食用种, 此期采根尤佳。

参 考 文 献

1 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册. 上海: 上海人民出版社, 1977: 2327
2 王 强, 等. 中草药, 1990, 21(1): 12

(1999-01-29 收稿)

(上接第 190 页)

4 小结

4.1 辛夷为木兰科植物望春花 *Magnolia biondii* Pomp, 玉兰 *M. denudata* Desr. 或武当玉兰 *M. sprengeri* Pamp. 的干燥花蕾。苍耳子为菊科植物苍耳 *Xanthium sibiricum* Patr. 的干燥成熟带总苞的果实。白芷为伞型科植物白芷 *Angelica dahurica*

(Fisch. ex Hoffm. Benth. et Hook. f 或杭白芷 *A. dahurica* (Fisch. ex Hoffm. Benth. et Hook. f. var. *formosana* (Boiss. Shan et Yuan. 的干燥根。
4.2 由于辛夷、苍耳子、白芷不同产地所含化学成分不完全相同, TLC 鉴别必须用制备本品的同一批药材进行。

(1999-03-06 收稿)

天津市医药科学研究所生物技术室技术服务内容简介

生物技术室是由专业人员组成的一支较强的科研队伍, 有丰富的研究经验, 从事分子生物、细胞、免疫及微生物、药理、病理等科研工作, 愿竭诚为您提供优质服务。服务宗旨是: 信誉第一, 质量第一, 社会效益第一。

研究开发和技术服务项目

- 1. 提供细胞培养技术: 细胞增殖, 细胞周期测定, 肿瘤细胞增殖, 细胞毒活性测定。免疫淋巴细胞, T 细胞, NK 细胞, LAK 细胞等活性测定。
- 2. 免疫药理实验, 免疫动物实验模型, 非特异性、特异性免疫指标(炭粒廓清, 吞噬, 溶菌酶, 溶血素, PFC, 淋巴细胞转化率, PTH 迟发变态, T 细胞亚群分类)。
- 3. 肿瘤生物反应调整剂(细胞体外抗肿瘤试验, NK 细胞活性测定, LAK 细胞活性测定, IL-2 活性测定, 肿瘤坏死因子, 免疫酶学指标测定)。
- 4. 提供微生物学项目服务(微生物检菌, 微生物药物抑菌实验, 微生物培养及小型发酵, 微生物分类筛选)。
- 5. 进行药理及毒理学的实验(肿瘤药理动物筛选, 肿瘤细胞药物筛选, 一般药理急慢性毒理实验等)。
- 6. 提供病理诊断服务(组织切片特殊染色, 组织化学染色, 免疫酶标组化病理诊断等)。

地址: 天津市和平区贵州路 96 号 邮编: 300070

传真: 28228380 电话: 23358826-3019, 23358805-3015 联系人: 张居馨、王 理