

用结果的极差、离均差平方和见表 4

由于各因素及其相互作用的极差和离均差平方和均大于误差的极差和离均差平方和,所以,各因素和误差的自由度均相等。

即 $f_A = f_B = f_{A \times B} = f_C = f_{A \times C} = f_{B \times C} = f_{\text{误差}} = 2$

各因素及相互作用对试验结果影响的显著性检验见表 4 表明提取压力或温度对微波提取黄芩中的黄芩苷影响显著,溶剂与压力的相互作用及溶剂与处理时间的相互作用也有一定影响。通过交互作用(表 5),可知选择 $A_2 B_3 C_1$ 条件,即用 35% 乙醇作溶剂,提取压力 0.15 MPa 恒压时间 30 s 即可获得好的黄芩苷提取率

表 4 各因素及相互作用的显著性检验表

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	1.48	2	0.74	2.11	
B	11.58	2	5.79	16.54	
A × B	4.57	2	2.29	6.54	
C	2.54	2	1.27	3.63	
A × C	3.13	2	1.57	4.49	
B × C	1.33	2	0.67	1.91	
误差	0.70	2	0.35		

F 检验的临界值: $F_{0.10}(2, 2) = 9.00, F_{0.05}(2, 2) = 19.00$

表 5 有交互作用因素的选择表

因素	B1	B2	B3	C1	C2	C3
A1	21.99/2	23.67/2	21.88/2	24.23/2	23.02/2	21.88/2
A2	22.55/2	23.92/2	26.13/2	26.32/2	24.88/2	21.40/2
A3	19.79/2	25.46/2	25.46	22.77/2	23.06/2	25.06/2

2.3 微波法和超声法提取结果的比较: 微波法和超

声法均用 35% 乙醇作溶剂,超声法处理 30 min(溶剂倍量 60),微波法在 0.15 MPa 下处理 30 s(溶剂倍量 30),同批样品每个试验均取 0.5 g,其他条件均相同,提取结果列于表 6 可见微波法提取产率高于超声法,且实验精度也好于超声法。

表 6 超声法和微波法提取黄芩苷的结果比较

	超声法	微波法
测定次数	6	6
平均得率(%)	12.10	13.12
标准偏差	0.415	0.27
RSD(%)	3.43	2.06

3 结论

实验表明,用微波提取黄芩中的黄芩苷,不仅处理时间短,而且提取率高,平行性好。这一结果不仅为中药有效成分的测定提供了一种新的样品前处理方法,而且说明微波提取技术在中药生产中有很好的应用前景

参考文献:

- [1] 郭孝武. 超声提取黄芩苷成分的实验研究[J]. 中药现代应用药学杂志, 1999, 16(3), 18-20.
- [2] 王浴生. 中药药理与应用[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1983.
- [3] 金钦汉, 戴树珊, 黄卡玛. 微波化学[M]. 北京: 科学出版社, 1999.
- [4] 卜玉兰, 郭振库. 微波萃取技术[J]. 色谱, 1997, 15(6), 499-501.
- [5] 高卫华, 李静, 杨静, 等. 正交试验法优选黄芩煎煮工艺[J]. 北京中医药大学学报, 1998, 21(4), 40-41.
- [6] Guo Z, Jin Q, Fan G, et al. Microwave-assisted extraction of effective constituents from a chinese herbal medicine *Radix puerariae* [J]. Anal Chim Acta, 2001, 436 41-47.

引种紫锥菊有效成分菊苣酸含量研究

窦德明¹, 崔树玉¹, 曹永智¹, 严亚娟¹, 帅 绯²

(1. 西安天诚医药生物工程有限公司, 陕西 西安 710075; 2. 四川川村中药材有限公司, 四川 成都 610031)

摘要: 目的 研究引种紫锥菊中菊苣酸的含量, 为开发利用紫锥菊资源提供依据。方法 对不同生长期、不同部位的紫锥菊提取物进行 HPLC 测定。结果 盛花期前后的地上部分菊苣酸含量最高(1.108%), 产物的得率亦高(23.0%)。结论 引种栽培在北京地区的紫锥菊中菊苣酸含量优于原生长在北美洲的紫锥菊。

关键词: 引种; 紫锥菊; 菊苣酸

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)11-0987-02

Assaying of cichoric acid in introducing plant of *Echinacea purpurea*

DOU De-ming¹, CUI Shu-yu¹, CAO Yong-zhi¹, YAN Ya-juan¹, Shuai Fei²

(1. Xi'an TIANCHENG Medicinal Bioengineering CO., Ltd., Xi'an Shanxi 710075, China; 2. Chuancun Chinese Medicinal Material CO., Ltd., Chengdu Schuan 610031, China)

Key words introducing plant; *Echinacea purpurea* Moench.; cichoric acid

菊科紫锥菊属(即松果菊属) *Echinacea* Moench. 植物作为药用品种已开发的有3种,即紫锥菊(紫花松果菊) *E. purpurea* 狭叶紫锥菊 *E. angustifolia* 和淡白紫锥菊 *E. pallida* 它们原产于北美洲的美国和加拿大南部,现在欧洲其他一些地区已有引种栽培。近几年,在我国的北京、南京和上海等地也已引种栽培成功。这3种植物的药用部位制成的各种制剂具有广泛的免疫调节功能,可明显提高机体的免疫调节水平。主要用于治疗感冒(上呼吸道感染)、伤寒、白喉、肺结核和昆虫、蛇咬伤等多种细菌感染病症,还可以治疗性病(淋病、梅毒)、胃溃疡、糖尿病等^[1,2]。因为它的提取物及制剂用途非常广泛,所以在90年代后期,紫锥菊制剂和提取物销售额居美国市场前5名^[3,4],受到国内外极大关注。本文旨在对我国引种的紫锥菊药用部位有效成分菊苣酸(cichoric acid)进行含量测定研究,从而为我国开发利用紫锥菊植物资源提供依据。

1 样品及有效成分提取

样品为北京引种(原产地加拿大)栽培的紫锥菊 *E. purpurea*,于2000年7月采收新鲜植物花期前后地上部分和根(及根茎)地上部分自然阴干,根及根茎在60℃以下烘干,分别装袋备用。

将各袋不同生长期、不同药用部位的植物粉碎,用稀乙醇热回流提取,将提取液浓缩回收乙醇后,在浓缩液密度约为1.05时,用稀盐酸调溶液pH<5,除去产生的沉渣,继续浓缩至稠膏,在60℃真空度为0.08 MPa下烘干,即制得供试样品。

2 有效成分菊苣酸的含量测定

2.1 仪器与试剂:日本岛津公司LC-10AT高效液相色谱仪,菊苣酸对照品购自美国Sigma公司,乙腈为色谱纯,其余试验均为分析纯。

2.2 供试溶液制备:分别精密称取对照品、供试样品适量,用甲醇溶解、定容,供含量测定用。

2.3 色谱条件与含量测定:采用Inertsil[®] ODS-3色谱柱,以乙腈-甲醇-水-磷酸(10:25:65:0.1)为流动相,分别注入对照品及样品溶液10 μ L,在330 nm处记录色谱图,按一点外标法计算含量。

2.4 有效成分菊苣酸的测定结果:紫锥菊属3种药用植物主要含咖啡酸衍生物、多糖和糖蛋白及烷酰胺类化合物等。菊苣酸是咖啡酸衍生物中重要的、代表性的化合物。天诚公司与美国合作伙伴选用菊苣酸作为检测药物的标志化合物来衡量紫锥菊植物

和提取物的质量标准。对北京地区引种的紫锥菊不同生长期和不同部位菊苣酸含量测定结果见表1。
表1 紫锥菊不同生长期和不同部位的菊苣酸含量(%)

不同生长期 不同部位	产物收率	提取物菊 苣酸含量	紫锥菊中 菊苣酸含量
始花期地上部分	15.8	3.70	0.585
花期地上部分	19.0	4.18	0.794
盛花期地上部分	23.0	4.40	1.012
花后期地上部分	22.0	5.04	1.108
花绝大部分凋谢 地上部分	22.0	2.32	0.510
花期根及根茎	16.7	4.61	0.769

由表1知紫锥菊有效成分菊苣酸含量在盛花期前后最高,提取物收率也最高,此时正是紫锥菊植物作为药用的最佳采收期。

另外,我们对2000年产于北美地区的紫锥菊 *E. purpurea* 植物地上部分(茎、叶和花)与1999年产于同一地区,且贮存了1年后的同种同部位的紫锥菊植物,同时分别按上述有效成分提取工艺和HPLC检测方法进行了加工处理和检测,其结果是:2000年产紫锥菊中菊苣酸含量为0.671%;1999年产紫锥菊中菊苣酸含量为0.534%。

3 结果及讨论

3.1 上述结果表明,北京地区引种栽培的紫锥菊有效成分菊苣酸含量(1.108%)优于产在北美洲的原植物菊苣酸含量(0.671%)。同时表明北京地区气候、土壤、自然环境适合紫锥菊植物的生长,为我国开发利用紫锥菊植物提供了充足的资源保证。

3.2 紫锥菊根及根茎中菊苣酸含量(0.769%)也较高。为充分利用资源,作为药用原料时,应采收包括根、茎、叶和花的植物全草。

3.3 结果还表明,贮存了1年的紫锥菊植物中菊苣酸含量呈下降趋势,这可能是由于随着存放时间的延长,植物内部产生酶降解所致。这就提示我们,在采购紫锥菊植物作为药用原料时,要尽量选用当年产的植物。

参考文献:

- [1] 佟巍,艾铁民. 菊科松果菊属三种药用植物花粉的形态研究[J]. 中草药, 2000, 31(10): 779.
- [2] 肖培根. 国际流行的免疫调节剂——紫锥菊及其制剂[J]. 中草药, 1996, 27(1): 46.
- [3] 张成文,华君,李林涛,等. 植物提取物是中药走向国际市场的现实表达方法[J]. 世界科学技术——中药现代化, 2001, 3(1): 5.
- [4] 刘一兵. 紫锥菊植物制剂的化学、免疫作用与临床[J]. 国外医药-植物药分册, 2001, 16(2): 47.