

· 药剂与工艺 ·

川乌与防己配伍前后乌头碱和粉防己碱煎出量的测定

何伟¹, 秦林¹, 司淑媛^{2*}

(1. 山东中医药大学中药学院, 山东 济南 250014; 2 济南市槐荫区人民医院, 山东 济南 250022)

摘要: 目的 考察川乌与防己配伍前后主要化学成分乌头碱、粉防己碱煎出量的变化, 探讨两药配伍使用增效减毒作用的机制。方法 采用薄层扫描法分别测定合煎液和单煎液中乌头碱和/或粉防己碱的含量。结果 川乌与防己配伍合煎, 乌头碱、粉防己碱的煎出量均较单煎时降低。结论 川乌、防己配伍使用为其增效减毒作用提供了科学的依据。

关键词: 川乌; 防己; 配伍; 乌头碱; 粉防己碱; 薄层扫描法

中图分类号: R286.02 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)07-0600-03

Determination of aconitine and tetrandrin in separate and compatible decoction of *Radix Aconiti* and *Radix Stephaniae Tetrandrae*

HE Wei¹, QIN Lin¹, SI Shu-yuan²

(1. College of TCM, Shandong University of TCM, Jinan 250014, China,;

2. People's Hospital of Huaiyin District in Jinan, Jinan 250022, China)

Abstract Object To determine the variety of aconitine and tetrandrin in decocting *Radix Aconiti* and *Radix Stephaniae Tetrandrae* separately and compatibly, and explore the mechanism of synergy between above two decocted herbs. **Methods** TLCS was used to determine the contents of aconitine and tetrandrin in separate decoctions and compatible decoction, respectively. **Results** The contents of both aconitine and tetrandrin were less in compatible decoction than in separate ones. **Conclusion** A scientific basis is provided by the compatible decoction of the two herbs for more effective and attenuate use.

Key words *Radix Aconiti*; *Radix Stephaniae Tetrandrae*; compatibility; aconitine; tetrandrin; TLCS

川乌辛热性猛、力宏效速, 防己辛苦大寒、补阴泻阳, 两药配伍可通痹止痛, 有相反相成、扬长避短之妙, 且有增效减毒的作用, 历代中医常用来治疗风湿痹症。乌头碱是川乌的主要有效成分之一, 具有抗炎、镇痛作用, 但有较强的心脏毒性; 防己中的粉防己碱具有镇痛、抗炎、免疫调节、抗氧化等作用^[1]。本实验考察两药配伍对有效成分乌头碱、粉防己碱煎出量的影响, 从而为进一步研究川乌、防己配伍后药效的变化提供科学依据。

1 仪器与试药

CS-9301PC薄层扫描仪(日本岛津); 乌头碱、粉防己碱对照品均由中国药品生物制品检定所提供; 硅胶 G(薄层色谱用, 青岛海洋化工厂); 试剂为分析纯。

川乌 *Aconitum carmichaeli* Debx., 防己 *Stephania tetrandra* S. Moore 饮片均购自济南中

药饮片厂, 经本校中药鉴定教研室周风琴教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备

2.1.1 川乌单煎供试品溶液的制备: 称取川乌粗粉(10目) 50 g, 置圆底烧瓶中, 加水浸泡 30 min, 加热回流 2次(6倍量, 1 h; 4倍量, 0.5 h), 滤过, 合并滤液, 加水定容至 500 mL, 吸取 50 mL, 以浓氨水调 pH=9, 用乙醚提取 6次(40 mL×2, 30 mL×2, 20 mL×2), 合并乙醚提取液, 回收乙醚, 残渣加二氯甲烷溶解^[2], 定容至 5 mL, 得川乌单煎供试品溶液。

2.1.2 防己单煎供试品溶液的制备: 称取防己 50 g, 按 2.1.1项下方法操作, 得防己单煎供试品溶液。

2.1.3 川乌、防己合煎供试品溶液的制备: 称取川乌 50 g, 防己 50 g; 川乌 50 g, 防己 100 g, 分别按 2.1.1项下方法提取、精制, 得川乌防己合煎供试品溶液 I、II。

* 收稿日期: 2001-10-08

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(39670868)

作者简介: 何伟(1955-), 女, 北京人, 副教授, 硕士生导师, 1982年毕业于山东中医学院中药系, 主要从事中药药剂学的教学和中药新药的研究开发工作。Tel: (0531)2614731 E-mail: jun5512@sdu.edu.cn

2.1.4 阴性对照品溶液的制备:吸取防己单煎液和川乌单煎液各 50 mL,分别按 2.1.1项下方法精制,制得川乌阴性对照溶液及防己阴性对照溶液

2.2 乌头碱含量测定

2.2.1 薄层色谱条件:将供试品溶液、阴性对照溶液及对照品溶液点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-乙醇(64:36:6)为展开剂,浓氨水饱和 20 min,展开,取出、晾干,碘熏显色^[3],取同样大小玻璃板覆盖,周边用胶布固定密封,结果供试品有与乌头碱对照品相同 Rf 值的斑点,而阴性对照溶液则无此斑点。用反射法锯齿扫描, $\lambda_s=420\text{ nm}$, $\lambda_R=680\text{ nm}$ 光束狭缝 $0.4\text{ mm}\times 0.4\text{ mm}$, $S_X=3$

2.2.2 线性关系考察:精密称取乌头碱对照品,加二氯甲烷制成 1.02 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。精密吸取对照品溶液 4, 6, 8, 10, 12, $14\mu\text{L}$, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述条件展开,显色,扫描测定峰面积积分值,以对照品量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=742.36X+1809.64$, $r=0.9995$,线性范围: $4.08\sim 14.28\mu\text{g}$

2.2.3 精密度试验:吸取川乌单煎供试品溶液,在同一硅胶 G 薄层板上点 6 个相同量的斑点,按上述色谱条件扫描测定,结果峰面积积分值的 $RSD=1.58\%$;对其中 1 个斑点连续扫描 6 次,结果 $RSD=0.33\%$,表明精密度良好。

2.2.4 稳定性试验:吸取川乌单煎供试品溶液,依法点样,展开,显色,对乌头碱斑点每 30 min 扫描 1 次,结果在 2 h 内稳定,峰面积积分值的 $RSD=0.68\%$ ($n=5$)。

2.2.5 回收率试验:采用加样回收法,取已测知乌头碱含量的川乌单煎液 25 mL,平行 5 份,分别精密加入乌头碱对照品 1.02 mg ,按 2.1.1 项下方法自“吸取样品液,以浓氨水调 $\text{pH}=9$ 起制备,依法测定,5 次测定的平均回收率为 97.9% , $RSD=1.2\%$ 。

2.2.6 样品含量测定:吸取乌头碱对照品溶液 $8.10\mu\text{L}$,川乌单煎供试品溶液、川乌防己合煎供试品溶液 I、II 各 $8\mu\text{L}$,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层条件依法测定,结果见表 1

2.3 粉防己碱含量测定

2.3.1 薄层色谱条件:将供试品溶液、阴性对照溶液及对照品溶液点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-乙醇(64:36:6)为展开剂,浓氨水饱和 20 min,展开,取出、晾干,碘熏显色,取同样大小的玻璃板覆盖,周边用胶布固定密封,结果供试品有与乌头碱对照品相同 Rf 值的斑点,而阴性对照溶液则无此斑点。用反射法锯齿扫描, $\lambda_s=410\text{ nm}$, $\lambda_R=$

650 nm 光束狭缝 $0.4\text{ mm}\times 0.4\text{ mm}$, $S_X=3$

2.3.2 线性关系考察:精密称取粉防己碱对照品,加乙醇制成 0.99 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。精密吸取对照品溶液 9, 12, 15, 18, $21\mu\text{L}$, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述条件展开,显色,扫描测定峰面积积分值,以对照品量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=2707.82X+2229.76$, $r=0.9995$,线性范围: $8.91\sim 20.79\mu\text{g}$

2.3.3 精密度试验:吸取防己单煎供试品溶液,在同一硅胶 G 薄层板上点 6 个相同量的斑点,按上述色谱条件扫描测定,结果峰面积积分值的 $RSD=1.4\%$;对其中 1 个斑点连续扫描 6 次,结果 $RSD=0.49\%$,表明精密度良好。

2.3.4 稳定性试验:吸取防己单煎供试品溶液,依法点样,展开,显色,对粉防己碱斑点每 30 min 扫描 1 次,结果在 2 h 内稳定,峰面积积分值的 $RSD=0.57\%$ ($n=5$)。

2.3.5 回收率试验:采用加样回收法,取已测知粉防己碱含量的防己单煎液 25 mL,平行 5 份,分别精密加入一定量粉防己碱对照品,按 2.1.1 项下方法自“吸取样品液,以浓氨水调 $\text{pH}=9$ 起制备,依法测定,5 次测定平均回收率为 98.0% , $RSD=0.9\%$ 。

2.3.6 样品含量测定:吸取粉防己碱对照品溶液 15, $17\mu\text{L}$,川乌单煎供试品溶液、川乌防己合煎供试品溶液 I、II 各 $8\mu\text{L}$,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层条件依法测定,结果见表 1

表 1 川乌、防己配伍前后水煎液中乌头碱、粉防己碱煎出量的变化 ($n=3$)

样 品	乌头碱 (mg)	粉防己碱 (mg)
川 乌	24.5	—
防 己	—	64.5
川乌+ 防己 (1: 1)	15.0	30.5
川乌+ 防己 (1: 2)	14.0	31.5

3 讨论

3.1 川乌、防己单煎及其配伍组方的药物水煎液是按同一方法平行制得,因而对其乌头碱、粉防己碱的煎出量进行平行比较,研究配伍组方对乌头碱、粉防己碱煎出量变化的影响是科学可行的。

3.2 川乌与防己以不同比例配伍后,乌头碱的煎出量比单煎降低了 38.8% 和 42.9% ,粉防己碱煎出量比单煎降低了 52.7% 和 51.2% 。乌头碱具有良好的镇痛作用,但又是毒性成分,这与前期药理研究中川乌防己配伍后能提高川乌 LD_{50} ,降低川乌毒性^[4]的结果是一致的,但与两药配伍后镇痛和抗炎效果增强的试验结果相违背。在药理研究中已发现,川乌防己配伍能明显延长镇痛持续时间,对于慢性关节炎的抗炎作用显著优于单味药,从而提示川乌防己配

伍后的增效作用与镇痛、抗炎活性成分乌头碱、防己碱的含量并不是简单的正相关,推测可能与两药配伍后产生的抗炎、免疫调节、抗氧化等多种综合作用及配伍可能影响药物体内代谢等因素有关。

以上实验结果为探讨川乌、防己配伍后的增效减毒作用的机制奠定了基础,其它方面还有待于进一步研究。

参考文献:

- [1] 阴健,郭力弓. 中药现代研究与临床应用 [M]. 北京:学苑出版社,1995.
- [2] 彭波,杨华元,刘世瑞,等. 反相离子对高效液相色谱法分离测定川乌和附片中乌头类生物碱的方法研究 [J]. 药物分析杂志,1995,15(6): 13-16.
- [3] 陈晓斌,蒋建春,张淑芳,等. 双波长薄层扫描法测定风湿痹痛丸中的乌头碱、马钱子碱、乌头碱的含量 [J]. 中国中药杂志,1994,19(8): 482-484.
- [4] 张少华,彭欣,秦林,等. 乌一芍及乌一防配伍前后对实验性疼痛的影响 [J]. 中草药,1999,30(8): 595-598.

大孔吸附树脂对番茄红素和 β -胡萝卜素吸附分离的研究

张裕卿¹,张黎明²,孟李³,赵学明^{1*}

(1. 天津大学化工学院,天津 300072; 2. 天津轻工业学院 食品科学与生物工程系,天津 300222; 3. 北京双鹤研究院,北京 100020)

摘要:目的 考察三种大孔吸附树脂分离番茄红素和 β 胡萝卜素的效果,优选大孔吸附树脂。方法 比较 D4020、X-5 和 AB-8 三种大孔吸附树脂对番茄红素和 β 胡萝卜素的吸附和解吸性能,同时研究相应的动力学过程。结果 X-5 树脂对番茄红素和 β 胡萝卜素的吸附量最大,分别是 7.44 和 11.2 mg/g,并且 X-5 树脂的解吸率最高。结论 X-5 树脂是一种提取番茄红素和 β 胡萝卜素较适宜的吸附剂。

关键词: 番茄红素; β 胡萝卜素;大孔吸附树脂;吸附;解吸

中图分类号: R284.02 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)07-0602-03

Adsorption and desorption of lycopene and β -carotene using three macroporous adsorption resins

ZHANG Yu-qing¹, ZHANG Li-ming², Meng Li³, ZHAO Xue-ming¹

(1. School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China;

2. Department of Food Science and Biological Engineering, Tianjin Institute of Light Industry,

Tianjin 300222, China; 3. Beijing Double Cranes Research Institute, Beijing 100020, China)

Abstract Object To study the separation effect of three macroporous resins for lycopene and β -carotene, in order to optimize the suitable one. **Methods** The performances of adsorption and desorption for lycopene and β -carotene with three macroporous resins D4020, X-5 and AB-8 were compared, and adsorption dynamics process of resins was studied. **Results** The adsorptive capacities of X-5 resin for lycopene and β -carotene are the most, they are 7.44 and 11.2 mg/g, respectively. Desorption ratio of X-5 resin is the highest. **Conclusion** X-5 resin is an ideal adsorbent for lycopene and β -carotene extraction.

Key words lycopene; β -carotene; macroporous adsorption resins; adsorption; desorption

番茄红素 (lycopene) 是类胡萝卜素的一种,与 β 胡萝卜素是同分异构体,具有很强的抗氧化、防癌、抗癌、清除香烟和汽车废气中的有毒物质及活化免疫细胞的功用^[1],可望成为新型的防癌、抗癌保健

食品。目前番茄红素的提取主要采用有机溶剂萃取和重结晶的方法进行提取和分离。但是该方法收率低,工艺路线长,手续复杂,不便于连续操作^[2]。番茄红素和 β 胡萝卜素具有非极性的长链结构,由于大

* 收稿日期: 2001-11-27

基金项目: 国家 863 计划资助项目 (863-715-004-220); 国家自然科学基金资助项目 (29971022)

作者简介: 张裕卿 (1963-)男,天津人,副教授,硕士生导师,2000年毕业于天津大学化工学院,获博士学位,从事化工新材料和天然产物有效成分的分离研究工作,参与国家 863 计划和国家自然科学基金等多个项目的研究,在国内外发表文章 20 余篇。

Tel (022) 27891326 E-mail tjuzyq@sohu.com