

类中药大黄中大黄素、大黄酚、大黄素甲醚提取率明显高于种子类中药决明子中相同成分的提取率 ($P < 0.05$); 4种中药中有效成分的提取率为花类 > 根茎类 > 种子类, 这可能是由于中药材表面的质地结构各不相同, 如决明子外种皮坚硬, 含木栓化细胞, 需用水浸泡多时表面才可软化, 而金银花表皮较薄且柔软, 多为薄壁细胞组织, 极易吸水膨胀。这些结构上的差异导致各种中药吸收微波的能力各不相同, 造成 ME 明显的选择性。因此, 在用 ME 对不同

形态结构中药的浸提中应充分考虑到这一点。有关 ME 对不同形态结构中药的浸提规律的影响, 有待于进一步研究证实。

参考文献:

- [1] 金钦汉. 微波化学 [M]. 北京: 中国科技出版社, 1999.
- [2] 安睿, 王新宏, 范广平, 等. 大黄蒽醌苷元在家兔体内的多组分药理学研究 [J]. 中国药理学杂志, 1997, 32(增刊): 24-26.
- [3] 毛泉明, 张钰泉, 吴倩, 等. 高效液相色谱法测定银翘解毒片中绿原酸含量 [J]. 黑龙江医药, 1997, 10(1): 19-20.
- [4] 中国药典 [S]. 2000年版. 一部.

差示分光光度法测定广西瑶族藤茶中黄酮类成分的含量

覃洁萍, 梁山丹*, 何翠薇*
(广西中医学院, 广西南宁 530001)

摘要: 目的 建立藤茶中黄酮类成分的含量测定方法, 以控制其质量。方法 采用差示分光光度法, 以双氢杨梅素皮素为指标, 采用差示分光光度法, 测定波长为 (318 ± 1) nm。结果 对照品浓度在 $4.576 \sim 22.88 \mu\text{g/mL}$ 范围内, 吸光度与浓度呈良好的线性关系 ($r = 0.9998$), 回归方程为 $A = 29.56C + 0.0055$, 平均回收率为 100.8%, RSD 为 1.9% ($n = 5$)。结论 本法操作简单, 结果准确, 重现性好, 可作为该药材的质量控制方法。

关键词: 藤茶; 黄酮类; 双氢杨梅素皮素; 差示分光光度法

中图分类号: R286.02

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2002)07-0607-03

Determination of flavonoids in tender stem and leaf of *Ampelopsis grossedentata* by differential spectrophotometry

QIN Jie-ping, LIANG Shan-dan, HE Cui-wei
(Guangxi College of TCM, Nanning 530001, China)

Abstract Object To develop a method for the determination of flavonoids from the tender stem and leaf of *Ampelopsis grossedentata* (Hand. -Mazz.) W. T. Wang, and for its quality control. **Methods** Differential spectrophotometry was used at the wavelength of (318 ± 1) nm, while taking dihydromyricetin as index. **Results** The regression equation, within the range of the control concentration in $4.576 \sim 22.88 \mu\text{g/mL}$, was $A = 29.56C + 0.0055$, with a good linearity ($r = 0.9998$) between the absorbance and concentration. The average recovery rate was 100.8% and RSD was 1.9% ($n = 5$). **Conclusion** The method is simple, reliable and easy to operate and suitable for the quality control of Chinese medicinal materials with a better reproducibility.

Key words *Ampelopsis grossedentata* (Hand. -Mazz.) W. T. Wang; flavonoids; dihydromyricetin; differential spectrophotometry

广西瑶族藤茶系葡萄科蛇葡萄属植物显齿蛇葡萄 *Ampelopsis grossedentata* (Hand. -Mazz.) W. T. Wang 的嫩茎叶经传统加工揉制、干燥而成。其性味

甘淡, 具清热解毒等功效, 主治黄疸型肝炎、感冒风热、咽喉肿痛, 并具解酒作用^[1,2]。藤茶中主要有效成分为黄酮类化合物, 其中双氢杨梅树皮素含量最

* 收稿日期: 2001-10-30

基金项目: 国家中医药管理局资助项目 (00-01 LM 01)

作者简介: 覃洁萍 (1962-) 女, 副教授, 主要研究方向是中药和天然药物及其制剂的成分分析, 现主持国家中医药管理局及省科技厅项目各 1 项, 发表论文近 20 篇, 多篇获省级优秀论文奖。Tel (0771) 3137043

* 广西中医学院药学系 2001 届毕业生

高^[3,4]。药理实验表明,双氢杨梅树皮素具有明显拮抗肾上腺素和高 K^+ 所致的兔主动脉条收缩反应,毒性低^[5];并有祛痰止咳、降血脂和保肝等作用^[6]。研究还表明,藤茶中的黄酮类成分还具有较好的降血糖作用^[7]。为更好地控制药材质量,本实验采用差分分光光度法,通过在 (318 ± 1) nm 处测定藤茶样品溶液与 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 络合前后的吸光度差值,消除背景吸收的干扰,测定藤茶样品中黄酮类成分的含量。

1 仪器与试剂

日本岛津 UV-160A型紫外可见分光光度计。甲醇为优级纯(北京化工厂);冰醋酸为分析纯(南宁第二化工厂);其它试剂均为分析纯。双氢杨梅树皮素对照品为从广西瑶族藤茶中提取分离得到,经 UV、MS、¹HNMR、IR 光谱分析鉴定结构,并经 HPLC 归一化法检测,含量均在 98.5% 以上。藤茶购于广西恭城县,并经我院刘寿养副教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 供试品溶液的制备:取不同级别(精制品、特级品、一级品和等外品)的藤茶干燥嫩茎叶粉碎,过 20 目筛,精密称定约 0.5 g,置 100 mL 烧瓶中,用 95% 乙醇回流提取 3 次,每次 1 h,提取液定容至 200 mL,作为供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备:精密称取双氢杨梅树皮素对照品 14.30 mg,置 25 mL 容量瓶中,加 95% 乙醇溶解并稀释至刻度,制成 0.572 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。

2.2 测量波长选择:精密吸取双氢杨梅树皮素对照品溶液 0.8 mL 2 份,分置于 25 mL 量瓶中,1 份加 95% 乙醇稀释至刻度,另 1 份加 2% $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 甲醇溶液 1.50 mL,再加 95% 乙醇稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后将前者置于参比池,后者置于样品池,于 200~400 nm 波长范围内扫描测定,记录对照品络合前后的吸光度值,在 (318 ± 1) nm 处有最大差示吸光度值。

另取供试品溶液 0.4 mL 2 份,同上法操作,记录供试品溶液络合前后的差示吸收光谱,可见对照品和供试品溶液络合前后的差示吸收光谱基本一致,均在 (318 ± 1) nm 处有最大差示吸光度值,故选择 (318 ± 1) nm 作为测定波长。

2.3 络合剂加入量的影响:分别精密吸取双氢杨梅树皮素对照品溶液 0.8 mL 和供试品溶液 0.4 mL 各 5 份,分置于 25 mL 量瓶中,分别在以上对照品溶液和供试品溶液中加入 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mL 2% $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 甲醇溶液,然后加 95% 乙醇稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后,将第 1 份不加络合剂的溶液置于参比池,然后将其余溶液依次置于样

品池,分别测定各溶液的差示吸光度值。结果表明:络合剂的加入量在 0.5~2 mL 范围内对测定结果没有影响,其差示吸光度值基本一致。

2.4 样品稳定性考察:将配制好的样品溶液,在室温条件下避免阳光直射,放置不同时间,在 (318 ± 1) nm 处测其络合前后的差示吸光度值。结果显示,在温度为 25℃~30℃ 时,1 h 后其差示吸光度值可达到稳定,并且在 3 h 内基本保持不变。

2.5 标准曲线的制备:精密吸取双氢杨梅树皮素对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.03 mL 各 2 份,分别置于 25 mL 量瓶中,1 份加 95% 乙醇稀释至刻度,摇匀,作为参比液;另 1 份加 2% $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 甲醇溶液 1.50 mL,再加 95% 乙醇稀释至刻度,摇匀,作为测定液。放置 1 h,分别在 (318 ± 1) nm 处测定不同浓度溶液络合前后的吸光度差值 (ΔA),结果表明,双氢杨梅树皮素对照品浓度在 4.576~22.88 $\mu g/mL$ 范围内与 ΔA 值呈良好线性关系。回归方程为: $\Delta A = 29.56C + 0.0055$, $r = 0.9998$ 。

2.6 加样回收率试验:精密称取已知含量的藤茶样品细粉适量 5 份,置 100 mL 烧瓶中,分别精密加入一定量的双氢杨梅素皮素对照品,然后按供试品溶液的制备方法制备供试液;精密吸取每种供试液各 2 份,以下按“标准曲线的制备”项下,从“置于 25 mL 量瓶中……”起操作,测定每份供试液的 ΔA 值,计算加样回收率。平均回收率为 100.8%, RSD 为 1.9% ($n = 5$)。

2.7 样品含量测定:分别精密吸取已制备好的藤茶精制品、特级品、一级品和等外品供试液各 0.40 mL,每种供试液分别取 2 份,以下按“标准曲线的制备”项下,从“置于 25 mL 量瓶中……”起操作,测定每份供试液络合前后的吸光度差值 (ΔA),然后计算各藤茶样品中黄酮类成分的含量,结果见表 1。

表 1 藤茶样品含量测定结果 ($n = 3$) (%)

藤茶样品	黄酮类成分的含量	RSD
精制品	45.50	0.65
特级品	41.60	0.54
一级品	37.15	0.83
等外品	28.00	0.94

为验证方法的可行性,取上述供试品溶液,按文献^[9]方法进行 HPLC 分析,测定供试品中黄酮类成分的含量。将测定结果与本法进行比较,可见两种方法的测量结果基本一致。见表 2。

表 2 HPLC 法含量测定结果 ($n = 3$) (%)

藤茶样品	双氢杨梅树皮素	RSD	杨梅树皮素	RSD	总黄酮
特级品	40.54	0.54	1.23	2.5	41.77
一级品	35.87	1.6	1.06	3.8	36.93

3 讨论

3.1 从色谱分析结果可知,藤茶供试品溶液中主要

黄酮类成分为双氢杨梅树皮素,故本实验采用双氢杨梅树皮素为指标来测定藤茶药材中黄酮类成分的含量

3.2 藤茶样品中含有较多叶绿素,有报道^[8]用石油醚除去其叶绿素后,加入 $AlCl_3$ 溶液,直接在双氢杨梅树皮素与 $AlCl_3$ 络合物的最大吸收波长下测定藤茶样品中黄酮类成分的含量。但我们在实验中发现,用石油醚提取虽可除去大部分叶绿素,但仍存在背景吸收,直接用普通分光光度法测定往往会使测得值偏高。本实验采用差示分光光度法,利用藤茶样品溶液中黄酮类成分与 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 络合后,在 (318 ± 1) nm 波长下吸光度值发生显著变化,所测得的络合前后的吸光度差值与藤茶中黄酮类成分在一定浓度范围内呈线性关系 $(4.576 - 22.88 \mu g/mL)$,而样品中共存的其它组分如叶绿素等由于在此波长下不发生吸收性质改变,因而对测定无影响,可较好解决背景吸收的问题。而且,实验表明采用差示分光光度法测定尚可省略除叶绿素这一步骤,因而使测定方法更加简便

3.3 双氢杨梅树皮素与 $2\% ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 形成的

络合物在 95% 乙醇中稳定,但在水中很不稳定,故本实验采用 95% 乙醇作溶剂测定。

3.4 络合剂 $2\% ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 必须用甲醇配制,因 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 在乙醇中溶解度较小。由于水对络合物的稳定性有影响,因此在溶液配制过程中应避免用水作溶剂。

参考文献:

- [1] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编(下册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1978.
- [2] 广西医药研究所. 广西药用植物名录 [M]. 南宁: 广西民族出版社, 1974.
- [3] 覃洁萍, 许学健, 李剑江. 广西瑶族藤茶化学成分的研究 [J]. 天然产物研究与开发, 1997, 9(4): 41-43.
- [4] 覃洁萍, 许学健, 董明娇. 广西藤茶中黄酮类成分的提取工艺研究 [J]. 中国现代应用药学杂志, 2000, 17(3): 196-197.
- [5] 周天达, 周雪仙. 藤茶中双氢黄酮醇的分离、结构鉴定及药理活性 [J]. 中国药理学杂志, 1996, 31(8): 458-461.
- [6] 钟正贤, 覃洁萍, 周桂芬, 等. 广西瑶族藤茶中双氢杨梅树皮素的药理研究 [J]. 中国民族医药杂志, 1998, 7(3): 42.
- [7] 覃洁萍, 钟正贤, 周桂芬, 等. 双氢杨梅树皮素降血糖的实验研究 [J]. 中国现代应用药学, 2001, 18(5): 351-352.
- [8] 何桂霞, 何群, 裴刚, 等. 瑶族藤茶中总黄酮类成分的含量测定 [J]. 湖南中医药导报, 1999, 5(12): 30-31.
- [9] 覃洁萍, 莫可丰, 何翠薇, 等. 藤茶素胶囊中 2 种主要活性成分的 RP-HPLC 定量分析方法研究 [J]. 药物分析杂志, 2002, 22(1): 30-32.

何首乌中二苯乙烯苷提取工艺优选及炮制对其含量的影响

戚爱棣*

(天津中医学院 中药系, 天津 300193)

摘要: 目的 优选何首乌中二苯乙烯苷的提取工艺, 比较何首乌炮制前后二苯乙烯苷的含量。方法 采用正交试验法, 通过 HPLC 测定提取液中二苯乙烯苷的含量。结果 何首乌中二苯乙烯苷的最佳提取工艺为: 用 6.0 倍药材量的 50% 乙醇加热回流 30 min, 何首乌炮制前后二苯乙烯苷的含量相差 2~3 倍。结论 正交设计中的乙醇浓度因素影响显著, 何首乌炮制前后二苯乙烯苷的含量差异显著。

关键词: 何首乌; 二苯乙烯苷; 正交试验; 炮制

中图分类号: R286.02 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)07-0609-03

Optimum for extract processing of stilbene glucoside from *Polygonum multiflorum*

QI Ai-di

(Department of Chinese Materia Medica, Tianjin College of TCM, Tianjin 300193, China)

Key words *Polygonum multiflorum* Thunb.; stilbene glucoside; orthogonal test; processing

何首乌为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的干燥块根。按其炮制方法不同又有生首乌与制首乌之分。生首乌味苦、涩, 性平, 具有润肠、解毒和截疟之功; 制首乌味苦、甘、涩, 性温, 具有补肝肾、益精血、壮筋骨乌须发之效^[1]。现代药理

研究证明, 何首乌所含的二苯乙烯苷类化合物具有抗衰老、降低胆固醇、提高免疫功能、防治动脉硬化及保肝等作用^[2]。本实验通过正交试验, 确定了何首乌中二苯乙烯苷提取的最佳工艺, 并在此基础上比较了炮制前后二苯乙烯苷的含量

* 收稿日期: 2001-10-31

基金项目: 天津市自然科学基金重点课题 (023803711)