

表 1 样品的含量测定结果 (n= 2)
Table 1 Results of samples (n= 2)

购买地	柳穿鱼叶苷/(mg · mL ⁻¹)
樟树	8.49
江苏	4.44
浙江	1.59

效果较好。

3.2 提取方法选择: 采用水浴回流、超声提取、索氏提取 3 种提取方法测得柳穿鱼叶苷的质量分数分别为 1.77%、1.37%、1.19%, 结果表明回流提取的效果最好, 故提取方法定为回流提取。

3.3 提取溶剂的选择: 70% 乙醇、纯甲醇、70% 甲醇 3 种提取溶剂提取的柳穿鱼叶苷的质量分数分别为 1.44%、1.29%、1.34%, 结果以 70% 乙醇溶液提取效果最好, 故提取溶剂定为 70% 乙醇溶液。

3.4 提取时间的选择: 用 70% 乙醇提取样品, 分别测定了 0.5 h、1 h、1.5 h 3 种供试液中柳穿鱼叶苷质量分数分别为 1.69%、2.01%、2.17%, 结果表明提取 1 h 和提取 1.5 h 的结果相差不大, 故提取时间定为 1 h。

3.5 提取溶剂用量的选择: 用 70% 乙醇 70、100、120 mL 提取样品得 3 种供试液的质量分数分别为

2.22%、2.43%、2.49%, 结果表明提取溶剂的用量为 100 和 120 mL 没有显著性差异, 故提取溶剂用量定为 100 mL。

3.6 最初采用石油醚先对大蓟进行脱脂处理, 再用 70% 乙醇提取, 以减少其他成分的干扰和把被测成分提取完全, 但是从实验结果看大蓟中的脂溶性成分对测定结果影响很小, 预先未脱脂处理的和脱脂处理过的样品液结果相比, 其成分和含量都相同。因此, 省去石油醚脱脂这一步, 直接采用 70% 乙醇为溶剂进行回流提取, 以简便操作。

3.7 从几个购买地大蓟中的柳穿鱼叶苷的含量来看, 不同购买地的药材差别很大。考虑可能的因素有产地、加工、采用季节、贮存时间和方式有关。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I. 2000.
- [2] Zhi F, Kong L Y, Peng S X. Progress in chemical and pharmacological studies on *Cirsium japonicum* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32(7): 664-667.
- [3] Kosue T, Ishida K, Ito Y, et al. Pectolinarin as hemostatic [J]. *JP*: 62 340 621, 1987-11-21.
- [4] Zhou W X, Tian Z. Determination of pectolinarin in *Cirsium japonicum* DC. and rutin in *Cirsium setosum* (Willd.) MB. by TLC scanning [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1994, 14(6): 39-40.

南葶苈子薄层色谱鉴别法的建立

王爱芹, 王秀坤*, 崔翔宇, 赵海誉*

(北京中医药大学中药学院 中药鉴定教研室, 北京 100102)

葶苈子为常用中药, 具有泻肺平喘、利水消肿之功效。主要用于痰涎壅盛、喘咳不得平卧、水肿、悬饮、胸腹积水、小便不利等。《中华人民共和国药典》2000 年版^[1]记载葶苈子来源于十字花科植物独行菜 *Leptidium apetalum* Willd. 和播娘蒿 *Descurainia sophia* (L.) Webb ex Prantl 的干燥成熟种子, 前者称为“北葶苈子”, 后者称为“南葶苈子”, 但葶苈子的鉴别仅记载了葶苈子的性状鉴别、显微鉴别和膨胀度的测定。文献报道有葶苈子的 TLC 鉴别^[2], 但是无指标成分作对照, 根据南葶苈子的临床疗效而设计的哮喘呼吸重要炎症介质-血小板激活因子(PAF)药理筛选实验表明, 南葶苈子总黄酮成分为其有效部位。经系统的化学研究发现, 南葶苈子黄酮成分是以槲皮素

山柰酚及异鼠李素为基本苷元的系列黄酮苷类成分, 其中以槲皮素-3-O- β D-葡萄糖-7-O- β D-龙胆双糖苷的含量最高, 特征性强, 槲皮素抑制 PAF 诱发的家兔血小板聚集及多形核粒细胞聚集及释放, 为 PAF 受体竞争性拮抗剂已有报道^[3]。临床及药理实验证明: 该类成分具有祛痰、止咳、平喘作用, 并具有舒张支气管平滑肌、促进气管纤毛运动、降低毛细血管通透性和脆性、扩张冠状动脉、抗炎、抗过敏、抗癌等多种药理作用^[3,4], 故可以认为槲皮素-3-O- β D-葡萄糖-7-O- β D-龙胆双糖苷可以部分代表南葶苈子的药效。为此, 本研究以自制槲皮素-3-O- β D-葡萄糖-7-O- β D-龙胆双糖苷为对照品, 建立了南葶苈子的薄层色谱鉴别法, 方法具有简便、准确、可靠等优点。

* 收稿日期: 2004-02-19

基金项目: 国家重点科技项目(公关)计划(99-929-01-29); 国家自然科学基金资助课题(30371776)

作者简介: 王爱芹(1963—), 女, 山东莱芜市人, 医学硕士, 主要从事中药专业的教学及天然药物的研究工作, 现工作于北京中医药大学中药教研室。Tel: (010)63581925-8014 E-mail: wangaiqinlw@yhuo.com.cn

* 通讯作者 北京中医药大学中药学院中药鉴定教研室

1 材料

1.1 药材样品: 表 1 中样品 1~ 21 号及 25 号于 2001 年 11- 12 月购自全国各药材公司及药店, 样品 24 号及车前子于 2002 年 4 月购自北京玉泉路药店, 其余样品来自北京中医药大学中药鉴定室储存的标本(存期为 3 年以上)。荜薢为十字花科植物荜薢 *Thlaspi arvense* L. 的干燥成熟的种子; 车前子为车前科植物平车前 *P. lantago depressa* Willd. 的干燥成熟种子。均经王秀坤副研究员鉴定。

表 1 不同来源地南葶苈子以及易混药材样品

Table 1 Collected Nantinglizi samples and several drugs easily confused with Nantinglizi

样品号	来源地	学名	药材名
1	河北安国	<i>Descurainia sophia</i>	南葶苈子
2	安徽安庆	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
3	甘肃金昌	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
4	天津市	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
5	浙江缙云	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
6	河北唐山	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
7	陕西合阳	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
8	广西南宁	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
9	宁夏吴忠	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
10	河南新乡	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
11	青海西宁	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
12	湖南浏阳	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
13	新疆呼图壁县	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
14	河南荥阳	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
15	陕西宝鸡	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
16	新疆乌鲁木齐	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
17	云南津水	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
18	山东菏泽	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
19	陕西商州	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
20	安徽亳州	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
21	内蒙古赤峰	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
22	北京中医药大学标本室	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
23	北京中医药大学标本室	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
24	北京玉泉路药店	<i>D. sophia</i>	南葶苈子
25	宁夏平罗	<i>Lepidium apetalum</i>	北葶苈子
26	北京中医药大学标本室	<i>L. apetalum</i>	北葶苈子
27	北京中医药大学标本室	<i>L. apetalum</i>	北葶苈子
28	北京中医药大学标本室	<i>Thlaspi arvense</i>	荜薢
29	北京玉泉路药店	<i>P. lantago depressa</i>	车前子

1.2 仪器与试剂: TP300/40Hz 超声波清洗机[天鹏电子新技术(北京)有限公司]; 对照品为槲皮素-3-O- β D-葡萄糖-7-O- β D-龙胆双糖苷为笔者自南葶苈子药材中分离纯化而得。分析表明纯度在 98% 以上。聚酰胺薄膜为浙江台州路桥四甲生化塑料厂生产。试剂均为分析纯, 水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 取槲皮素-3-O- β D-吡喃葡萄糖基-7-O- β D-龙胆双糖苷适量, 加 30% 甲醇溶解, 制成 1 mg/mL 的溶液。

2.2 供试品溶液的制备: 样品粉碎过 60 目筛, 精密称取 1.0 g, 置 50 mL 锥形瓶中, 加 70% 甲醇 20 mL, 超声波提取 30 min, 取上清液作为供试品溶液。

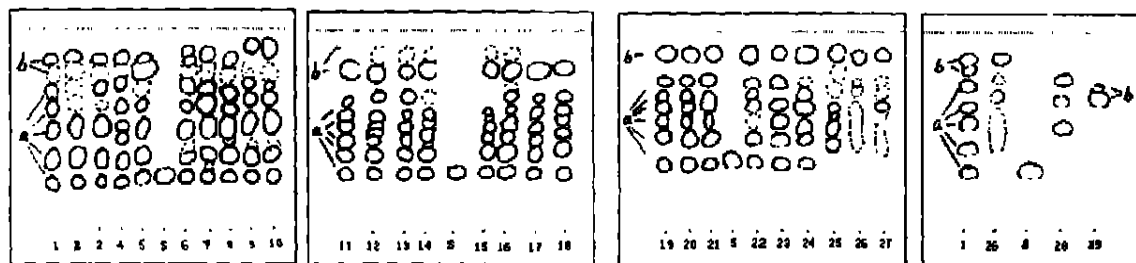
2.3 薄层色谱: 聚酰胺薄膜(8 cm × 8 cm), 吸取供试品溶液 0.5 μ L 和对照品溶液 0.1 μ L, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 展开剂为醋酸乙酯-甲醇-水(7:2:1), 上行展开, 展距 6 cm, 取出, 晾干, 喷以 1% 三氯化铝乙醇溶液, 于 365 nm 紫外灯下观察荧光。薄层色谱图见图 1。

2.3.1 南葶苈子提取液色谱中, 在与对照品色谱相应的位置均显亮黄色荧光斑点, 而北葶苈子及其他易混药材的色谱中未见该荧光斑点。

2.3.2 由薄层色谱图可见槲皮素-3-O- β D-吡喃葡萄糖基-7-O- β D-龙胆双糖苷存在不同来源地的南葶苈子药材中, 因此为南葶苈子比较稳定的特征性成分, 并且该成分不存在于北葶苈子以及葶苈子常见的混淆品和伪品中, 证明了该方法的专属性、重现性和可行性。

3 结论

3.1 经查阅美国化学文摘(截至 2002 年 136 卷), 目前与槲皮素-3-O- β D-吡喃葡萄糖基-7-O- β D-龙胆双糖苷相关的报道只有 1 篇^[5], 自十字花科(Cruciferae)植物 *Nerisyrnia camporum* 和 *Nerisyrnia*



S-槲皮素-3-O- β D-吡喃葡萄糖基-7-O- β D-龙胆双糖苷 1~ 29 号药材见表 1 a 为黄色荧光; b 为蓝色荧光
S-quercetin-3-O- β D-glucopyranosyl-7-O- β D-gentiobioside Table, for samples 1—29 a-yellow at 365 nm; b-blue at 365 nm
图 1 薄层色谱图

Fig 1 TLC chromatograms

linearifolia 的叶子中分离得到。而 *N erisyrenia* Greene 属在我国不入药, 因此可以得出结论: 槲皮素-3-O- β D-吡喃葡萄糖基-7-O- β D-龙胆双糖苷具有较好的专属性。

3.2 该薄层色谱条件是以 1 号和 23 号南葶苈子药材为标准生药结合对照品研究确定的, 然后通过对大量商品南葶苈子药材和北葶苈子以及葶苈子常见的混淆品的检测, 证明了该方法的专属性、重现性和可行性。

3.3 通过对全国各地葶苈子药材的收集可以看出, 目前南葶苈子为葶苈子的主流商品, 因此选用南葶苈子为研究对象具有实际应用价值。

3.4 通过本实验中的薄层鉴别结果来看, 南葶苈子和北葶苈子在黄酮成分上存在着较大差异。建议《中华人民共和国药典》将南、北葶苈子分开收载。

3.5 采用自制对照品槲皮素-3-O- β D-吡喃葡萄糖基-7-O- β D-龙胆双糖苷为定性对照品, 建立了药材

南葶苈子薄层色谱鉴别法, 该方法简便、准确、可靠, 为新版《中华人民共和国药典》制订南葶苈子定性质量标准提供了参考资料。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I. 2000.
- [2] Lou Z Q, Qin B. The studies on species and quality of common Chinese material medicine (常用中药材品种整理和质量研究) [M]. Vol 3. Beijing: The Union Publishing House of Beijing Medical University and Peking Union Medical College, 1996.
- [3] The Shanghai Academy of Medical Industry. Antitubercular, expectorant and antiasthmatic (a collection of drugs. The third volume) IV. Chinese traditional and herbal drugs for prophylactic-therapeutic trachitis (镇咳、祛痰、平喘药物(药品集, 第三分册) IV. 防治气管炎中草药) [M]. Shanghai: The Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1979.
- [4] Liu S P, Chen S M, Zhu W D. Advance in research on the bioactivities of quercetin and its derivatives [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 1991, 22(4): 182-184.
- [5] Bacon J, Mabry T. Flavonol glycosides of *N erisyrenia* (Cruciferae) [J]. Phytochemistry, 1976, 15: 1087-1088.

吸附树脂-库仑滴定法测定盾叶薯蓣中总皂苷的含量

聂 纯, 陆 阳*

(上海第二医科大学, 上海 200021)

盾叶薯蓣 *D ioscorea z ingiberensis* C. H. Wright 为薯蓣科薯蓣属多年生藤本植物, 俗称黄姜, 以根状茎入药, 是我国传统常用中药材, 主治胃气痛、跌打损伤、痈肿早期未破溃、蜂螫虫咬, 同时具有治疗皮肤急性化脓性感染、软组织损伤、调血脂等功效, 也有降低胆固醇、抗炎、抗肿瘤等药理作用^[1]。国内对于薯蓣皂苷元的含量测定报道很多, 但是总皂苷的含量测定尚无文献报道。笔者用吸附树脂富集纯化总皂苷然后用库仑滴定法测定含量, 该方法快速简便, 重现性好。

1 仪器与试剂

库仑测定仪 OW-7805 (中国医学科学院药物研究所), 磁力搅拌器 81—2 (上海司乐仪器有限公司), 分析天平 METTLER TOLEDO (梅特勒-托利多仪器有限公司)。

ADS-7 和 AB-8 (购自天津南开和成科技有限公司)、D101 树脂 (购自天津市海光化工有限公司), 盾叶薯蓣 *D ioscorea z ingiberensis* C. H. Wright (产地:

江西新干县, 当地药材公司鉴定。), 薯蓣皂苷对照品 (西北大学生命科学院提供, 纯度 98%)。试剂: 溴化钾、95% 乙醇、甲醇、冰醋酸等均为分析纯; 实验用水为二次蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 吸附树脂的预处理: ADS-7 吸附树脂使用前先用丙酮、甲醇浸泡、加热回流, 以除去未聚合单体与致孔剂等。检查: 取干树脂 0.5 g, 加 95% 乙醇 5 mL 振摇, 滤液蒸干不得有残留物。

2.2 净化柱: 树脂以水浸泡膨胀后倒入小玻璃柱内, 等树脂沉降, 覆盖少许脱脂棉, 轻压, 用蒸馏水冲洗并用水浸备用。

2.3 洗脱液的选择: 取盾叶薯蓣供试品溶液适量加入净化柱, 用蒸馏水 10 mL 洗去糖与无机盐等水溶性杂质, 弃去水洗液, 随即用与水相混溶的有机溶剂洗脱皂苷, 比较了 70%、95% 乙醇与甲醇 3 种溶剂, 结果 95% 乙醇或者甲醇均可将皂苷洗尽。因甲醇用量少, 更加利于皂苷的洗脱, 故选用了甲醇为皂苷洗