

黄芩及其提取药渣黄芩苷含量的比较

冷桂华 (宜春学院化学与生物工程学院, 江西宜春 336000)

摘要 为了研究小柴胡颗粒中黄芩药材提取前后黄芩含量变化, 分别以6倍于药材的水提取黄芩药材中有效成分, 提取2次, 每次1.5 h。并采用高效液相色谱法对黄芩药材和提取药渣中黄芩苷的含量进行定量测定, 然后比较。测试结果显示: 提取后黄芩药渣中黄芩苷的含量是黄芩药材黄芩苷总含量的70.3%, 多数黄芩苷遗留在黄芩药渣中。从而得出: 水提法不能有效提取黄芩药材中的黄芩苷, 需优化黄芩提取工艺, 减少工业浪费。

关键词 高效液相色谱法; 黄芩; 药渣; 黄芩苷; 含量

中图分类号 O657.7+2 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)10-02928-01

Comparison on Content of Baicalin between Radix scutellariae and Its Extractive Drug Residue

LENG Gui-hua (School of Chemistry and Biological Engineering, Yichun College, Yichun, Jiangxi 336000)

Abstract In the research of the content change of Radix scutellariae before and after the extraction of Radix scutellariae, the water as six times as the drug material was to extract the effective composition of Radix scutellariae, extracting twice and 1.5 h each time. HPLC method was adopted to determine and compare the baicalin content of the Radix scutellariae and the extractive residue. Determination showed that the baicalin content in extractive drug residue was 70.3% of total baicalin contents of Radix scutellariae. Most of the baicalin left in the drug residue. It is concluded that using water can't extract baicalin from Radix scutellariae efficiently and the extraction technique of Radix scutellariae should be improved to reduce the industrial waste.

Key words HPLC; Radix scutellariae; Drug residue; Baicalin; Content

黄芩为唇形科植物(*Scutellaria baicalensis* Georg), 主要分布于长江以北大部分地区以及西北、西南地区。黄芩含多种黄酮类化合物, 即黄芩苷(Baicalin)、黄芩素(Baicalein)、汉黄芩苷(Wogonoside)等活性成分。黄芩为传统药用植物, 始载于《神农本草经》, 被载于历版《中国药典》。它具有清热燥湿、泻火解毒、止血、安胎等功能^[1]。浸膏的提取一般采用水提法, 但对该法对有效成分提取效果的影响未见报道。为此, 笔者对黄芩干燥根及其提取药渣中的黄芩苷含量进行测定, 旨在为优化黄芩苷提取工艺提供依据。

1 材料与方

1.1 材料 黄芩苷对照品由中国药品生物制品检定所提供, 批号为11715-200212; 黄芩及黄芩药渣由江西百神药业集团有限公司提供。甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

1.2 方法

1.2.1 色谱条件^[2]。色谱柱为岛津VP-ODS, C₁₈柱250 mm × 4.6 mm, 5 μm; 柱温为25℃; 流动相为甲醇-水-磷酸(47:53:0.2); 流速为1.0 mL/min; 检测波长为280 nm; 理论板数按黄芩苷峰计算, 应不低于2500。

1.2.2 对照品溶液的配制。精密称取在60℃减压干燥4 h

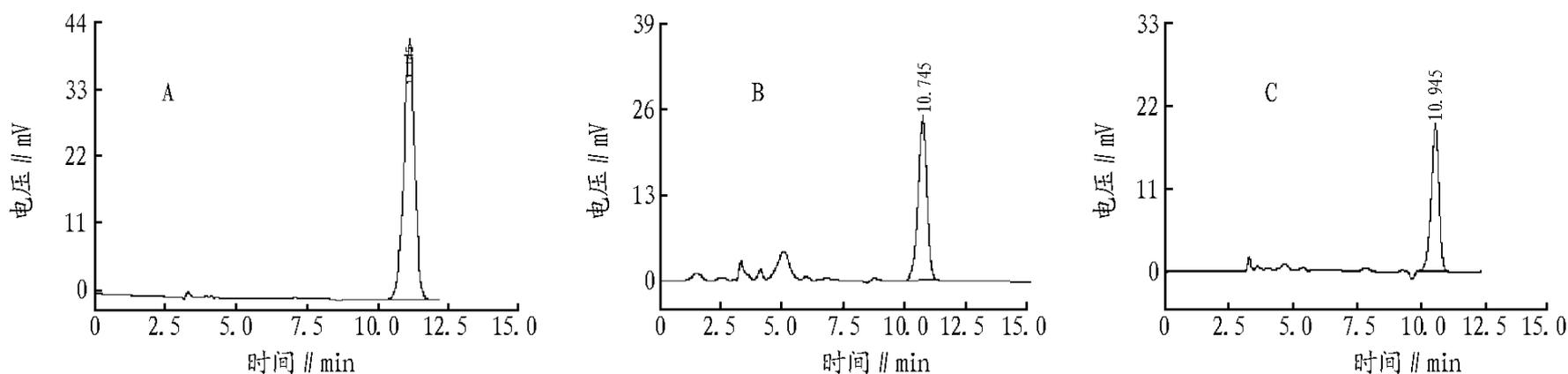
的黄芩苷对照品0.003 02 g, 置于50 mL容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得黄芩苷含量为60.4 μg/mL的对照品, 备用。

1.2.3 供试品溶液的配制。将黄芩及其药渣烘干后粉碎, 分别取约0.3 g中粉, 精密称定, 加70%乙醇40 mL, 加热回流3 h, 放冷, 过滤, 滤液置于100 mL容量瓶中, 用少量70%乙醇分次洗涤容器和残渣, 洗液滤入同一容量瓶中, 加70%乙醇至刻度, 摇匀, 精密量取1 mL, 置于10 mL量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 过0.45 μm微孔滤膜, 即得供试品溶液。

2 结果与分析

2.1 标准曲线的绘制 分别精密吸取对照品溶液2.5、5、8、10、13、18、20 μL, 标记为1、2、3、4、5、6、7号。按“1.2.1”色谱条件进样, 取10 μL溶液, 注入高效液相色谱仪, 记录峰面积积分值。以黄芩苷进样量(X)为横坐标, 峰面积积分值(Y)为纵坐标进行线性回归, 得回归方程 $Y = 235\,099X - 3\,332.4$, $r = 0.9995$ ($n = 7$)。结果表明, 黄芩苷进样量在0.060 35 ~ 2.352 4 μg范围内与峰面积积分值有良好的线性关系。

2.2 黄芩苷对照品、黄芩、黄芩药渣的高效液相图谱 按“1.2.1”色谱条件进样测定, 黄芩苷对照品、黄芩、黄芩药渣的高效液相图谱见图1。



注: A 为对照品; B 为黄芩; C 为黄芩药渣。

图1 高效液相图谱

2.3 精密度 取对照品溶液, 按“1.2.1”色谱条件重复进样5次, 每次进样10 μL, 分别测定峰面积积分值, 相对标准偏差

作者简介 冷桂华(1968-), 女, 江西上高人, 硕士, 副教授, 从事食品生物技术方面的研究。

收稿日期 2007-01-06

(下转第2935页)

(上接第2928页)

为0.21%,表明进样方法仪器精密性可达到测定要求。

2.4 重现性 准确称取干燥至恒重的同一批黄芩样品5份(每份3.0g),分别按“1.2.3”方法处理后进样10 μ l,黄芩苷峰面积积分值相对平均偏差为0.26%,表明样品处理方法重现性良好。

2.5 稳定性 取同一对照品溶液和同一供试品溶液,分别在0.4、8、24、30h进样测定,黄芩苷对照品峰面积积分值相对平均偏差为0.12%,供试品黄芩苷峰面积积分值相对平均偏差为0.33%,说明黄芩苷至少在30h内稳定。

2.6 加样回收率 准确称取已知黄芩苷含量的同一批黄芩药材5份,每份3.0g,分别精密加入适量黄芩苷对照品。按供试品所述样品制备方法测定含量,计算回收率。5次测定的平均回收率为99.98%,RSD为0.76%。

2.7 黄芩和药渣中黄芩苷的含量 每份样品平行进样5次,用外标法计算黄芩及其药渣中黄芩苷的含量。由表1可知,提取后黄芩药渣中黄芩苷含量是黄芩药材黄芩苷总含量的70.3%。

表1	样品中黄芩苷含量	
	黄芩苷含量	RSD
黄芩药材	10.67	0.27
黄芩药渣	7.50	1.29

3 讨论

抽提溶剂的选择试验是选用70%乙醇与蒸馏水的回流抽取3h,结果表明前者抽提的效果是后者的2倍多。这与黄芩苷的极性有关。色谱条件的优化试验表明,流动相中不存在磷酸,峰形出现拖尾;添加了磷酸,则峰形尖锐且对称性好。这是因为磷酸添加到流动相可以抑制黄芩苷的分解。用相同工艺提取黄芩及其药渣中的黄芩苷,结果显示70.3%黄芩苷遗留在黄芩药渣中。黄芩苷为黄酮类物质,在植物体中以结合态或者游离态存在,如与葡萄糖醛酸结合或以镁盐等形式存在。温度、时间、pH、粒度、结合态等因素对黄芩苷的提取率有着明显的影响^[3]。由于工业生产不能精确地控制整个参数,致使提取率低,工业浪费严重,所以需改进提取工艺。该试验对黄芩苷含量测定方法进行了系统性考察,证明所用方法简便、快速、准确,可作为黄芩中黄芩苷的定量分析方法。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 211.
- [2] 赵志军, 王连水. 小柴胡颗粒薄层鉴别及黄芩苷含量测定方法的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11(3): 22.
- [3] 于波涛, 张志荣, 刘文胜, 等. 黄芩苷稳定性研究[J]. 中草药, 2002, 33(3): 218-220.