

麦冬茎叶的总皂苷含量测定及采收时间

★ 周桂芬 吕圭源 (浙江中医药大学 杭州 310053)

摘要:目的:研究麦冬茎叶的总皂苷含量测定方法及采收时间,为扩大麦冬的用药部位奠定基础。方法:选用薯蓣皂苷元为对照品,采用分光光度法,高氯酸显色,在 409 nm 处测定吸光度,计算麦冬茎叶中总皂苷的含量。结果:薯蓣皂苷元在 15~90 μg 范围内线性关系良好($r=0.9994$),平均加样回收率为 96.86%,RSD 为 2.08%。结论:本法简便、准确、灵敏、重现性良好,适用于麦冬茎叶总皂苷的含量测定,并且最佳采收期是 4 月份,与传统麦冬块根的采收期相一致。

关键词:麦冬;总皂苷;薯蓣皂苷元

中图分类号:R 284.2 **文献标识码:**B

麦冬是百合科沿阶草属植物麦冬(*Ophiopogon japonicus*)的干燥块根,为一常用滋阴中药,具有养阴生津,润肺清心等功效,是临床治疗心血管疾病的重要组成部分。麦冬根部药用价值显著,《中国药典》2005 版收载中药制剂中约有 40 多种药剂处方含有麦冬,故麦冬中成药需求量大。麦冬的主要药效成分为甾体皂苷、多糖和高异黄酮类化合物。药理研究表明:总皂苷具有抗心肌缺血损伤和抗心率失常作用^[1,2]。浙江是我国麦冬药材传统产地,临床上称之为杭麦冬,是著名的“浙八味”之一,杭麦冬的生长周期为 2~3 年^[3],如此大量采挖根部使资源受到了严重的破坏,不仅采挖周期长,至少需要 2 年以上的时间植被才能恢复,并且无法满足对原料的

需求。自古以来,人们一直使用麦冬的根部入药而废弃了地上部位,并且麦冬块根的产出量较少,远不如其地上部分的量大,而有关麦冬茎叶的成分的研究未见报道,本文作者曾通过显色反应、薄层检识和 HPLC 法,表明麦冬茎叶还有与块根类似的皂苷类成分,为此对麦冬茎叶中皂苷类成分进行含量测定,以供开发利用,扩大麦冬用药部位提供参考。

1 仪器与试剂

Lambda 12 紫外-可见分光光度仪(PERKIN ELMER);LP123 电子天平(常熟市恒器厂);电子恒温不锈钢水浴锅(上海东里建材试验设备有限公司)。本实验所用麦冬茎叶,是栽培后第二年的各月份,采于浙江中医药大学校园内的观赏麦冬。薯蓣

次 30 ml,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加乙醇 2 ml 使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取连翘对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2005 年版一部附录 VI B)试验,吸取上述两种溶液各 5~7 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(20:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。经阴性对照试验,结果表明无干扰。

3 讨论

(1)本品连翘鉴别中,按原标准方法展开剂时发现供试品一主斑点与其他干扰斑点无法有效分离,通过比较不同展开剂,最后确定以三氯甲烷-甲醇(20:1)为展开剂较好。

(2)本品甘草鉴别中,按原标准甘草对照药材处理方法处理后,发现供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上的斑点不能完全对应,经试验,将对照药材处理方法改为上文中所述方法后,则供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上的斑点能完全对应。

(3)本法增加了金银花的薄层鉴别,金银花为常用的清热解毒药,已知绿原酸为其主要有效成分,因此以绿原酸对照品为对照,对本品中金银花进行薄层鉴别研究,并建立了上文的鉴别方法,经阴性试验,结果未见干扰,表明本法专属。

(4)本法图谱清晰重复性好,阴性对照无干扰,验证了鉴别的可行性。根据药典方法,增加了金银花的薄层鉴别,增加了药品的质量可控性。

(收稿日期:2007-08-29)

皂苷元对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号:1156-050712)。其他试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 样品溶液的制备 精密称取 1.0 g 药材粉末,置索氏提取器内,加石油醚 50 ml,加热回流 3 小时,弃去石油醚液,药渣挥去石油醚,再加甲醇 50 ml 在 80 ℃ 回流提取至无色,溶液回收甲醇至干,加蒸馏水 10 ml 溶解,用水饱和的正丁醇萃取 4 次(10 ml × 4),合并正丁醇部分,再用正丁醇饱和的水洗涤,水浴蒸干,残渣用甲醇溶液定容至 25 ml,制得样品溶液。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取薯蓣皂苷元对照品 10.00 mg,以甲醇溶解并定容至 10 ml 容量瓶中,即得。

2.3 吸收波长的确定 取薯蓣皂苷元标准液、样品溶液适量,置具塞试管中,挥去溶剂,精密加入 10 ml 高氯酸,旋涡混匀 1 分钟,于 70 ℃ 水浴加热反应 15 分钟,立即于冰水中终止反应,以高氯酸为空白对照,在分光光度计上 200~700 nm 进行扫描,结果供试品溶液和对照品溶液均在 409 nm 有最大吸收,故确定吸收波长为 409 nm。

2.4 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 0、15、30、45、60、75、90 μl 于具塞试管中,其余步骤按“2.3”项下操作,于 409 nm 处测定吸光度,得回归方程为 $A = 0.0082C - 0.0346$, $r = 0.9994$,表明样品检测量在 15~90 μg 的范围内与吸光度线性关系良好。

2.5 精密度试验 精密吸取薯蓣皂苷元标准液 60 μl,按“2.3”项下操作 6 次,测定吸光度。计算 RSD 为 1.25%,表明本法精密度良好。

2.6 重复性试验 取同一采收期样品 6 份,按“2.1”项下样品溶液的制备方法和“2.3”项下的显色方法,测定吸光度,结果 RSD 为 3.12%。

2.7 显色稳定性试验 精密吸取薯蓣皂苷元标准品溶液 60 μl,按“2.3”项下显色方法显色后,分别在 0、0.5、1、1.5、2 小时测定吸光度,结果表明在 1 小时内,测定结果较稳定,RSD 为 3.58%。

2.8 加样回收率实验 精密称取 10 月份采收的已知含量的麦冬茎叶粉末 0.1 g,平行 6 份,精密加入薯蓣皂苷元对照品溶液 0.5 ml,按“2.1”项下样品溶液的制备方法和“2.3”项下的显色方法,测定吸光度,计算回收率,平均回收率为 96.86%,RSD 为 2.08%。

2.9 样品含量测定 精密吸取各样品液,按“2.3”项下的显色方法,测定吸光度,以薯蓣皂苷元计算麦冬茎叶总皂苷的含量,含量均以干燥品计。本实验共测定了 2006 年 1~12 月不同采收期样品中总皂苷含量,结果皂苷含量($n=3$)、分别为 0.403、2.35、0.465、1.48、0.496、1.96、0.568、2.68、0.545、2.15、0.536、2.43、0.530、3.05、0.532、2.86、0.518、1.95、0.522、2.09、0.528、2.89、0.522、2.65。可见麦冬茎叶中总皂苷的含量先是随生育期的增长而增大,在 4 月份时含量最高,之后含量基本变化不大,所以麦冬茎叶的最佳采收期是二年生的四月份。

3 讨论

3.1 显色方法 总皂苷的含量测定方法多是利用其与芳香醛-硫酸或高氯酸的显色反应比色定量。目前较常用的方法有 3 种,即高氯酸法,香草酸-冰醋酸-高氯酸法,茴香醛-浓硫酸法,实验中比较了三种显色方法,结果表明:高氯酸法最大波长明显,反应相对稳定,并且考察了高氯酸的用量,不同加热时间,不同加热温度对显色的影响,本文选择了最优显色工艺。

3.2 最佳采收期 通过对麦冬茎叶不同采收期皂苷含量测定的结果表明:总皂苷在 4 月份含量最高,说明最佳采收期在春季,这与传统麦冬块根采收时间基本相同,麦冬茎叶是否能代替麦冬块根入药,还要经过药理和临床实验证明。

参考文献

- [1]郑占虎.中药现代研究与应用[M].第三卷.北京:学苑出版社,2003:26.
- [2]李兰青,张丽娟.麦冬的药理作用[J].河北中医学院学报,2000,5(2):34-35.
- [3]冯耀南.中药商品规格质量鉴别[M].广州:暨南大学出版社,1995:93-96.

(收稿日期:2007-07-25)

征稿启事

《江西中医药》所设的重点栏目有《明医心鉴》、《滕王阁医话》等。《明医心鉴》以介绍名老中医经验和中医临证心得为主,重点刊载中医关于疑难病的诊疗经验,要求观点、方法新,经验独到。《滕王阁医话》主要反映中医教学、科研、临床的一得之见,要求以小见大,有感而文,语言生动流畅,可读性强,富于知识性、趣味性。