

川芎、当归挥发性成分混合提取工艺探讨

★ 胡志方 郭慧玲 (江西中医学院 南昌 330006)

关键词:挥发性成分;阿魏酸;共水蒸馏法

中图分类号:R 284.2 文献标识码:A

川芎、当归均为伞形科植物,川芎为伞形科植物川芎 *Ligusticum wallichii* Franch 的干燥根茎,具有活血行气、祛风止痛的功能;当归为伞形科植物当归 *Angelica Sinensis* (Oliv) Diels 的干燥根茎,具有补血、调经止痛的功能。由于它们同属一科,有着相似的功能主治,常在活血和血的处方中同时出现。且由于有着相似的化学成分,常在制剂中将此药对一起提取。

川芎、当归所含化学成分主要为挥发性成分和阿魏酸等,为有效地保证制剂中挥发性成分的稳定性,采用常规的药剂学方法即先将挥发性成分提取出来,再进行 β -CD 包合。本研究探讨了采用蒸馏法提取挥发性成分,对提取过程中另一有效成分阿魏酸的含量变化进行了考察,确定其提取最佳工艺条件,现报告如下。

1 药品、试剂和仪器

药品:川芎、当归饮片购于汇仁制药有限公司。

试剂:阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所),高效液相流动相所用甲醇为色谱试剂,其余试剂均为分析纯。

色谱条件:色谱柱为 Hypersil ODS₂ C₁₈, 5 μ m, 250 mm $\times$ 46 mm;流动相为甲醇-1%醋酸(28:72);进样为 10 μ L;波长为 320 nm。

仪器:日本岛津 HPLC-10AT;SPD-M10A 型二极管阵列检测器;SIL-10AD 自动进样器;日本岛津 AB104-N 电子分析天平;TGL-16C 离心机。

2 实验方法与结果

2.1 实验方法 取川芎饮片 64 g、当归饮片 144 g 为实验处方,采用共水蒸馏法提取挥发性成分,分别考察加水量对挥发性成分收油率的影响,蒸馏时间对挥发性成分收油率、有效成分阿魏酸峰面积的影响。

响。

2.2 加水量对挥发性成分收油率影响的考查 按处方比例称取当归 144 g、川芎 64 g 药材饮片(5 份),以挥发性成分收油率为指标,加不同量水浸泡 1 小时,蒸馏提取挥发油 10 小时。结果见表 1。

表 1 加水量对收油率影响的考查

加水量	8 倍	10 倍	12 倍	14 倍	16 倍
收油率(%)	0.51	0.53	0.53	0.53	0.53

收油率(%) = 挥发油提取量 $\div$ 药材总量 $\times$ 100%。

由表 1 实验数据可知,加水 10 倍药材量提油时,收油率已达到最高值,因此确定加 10 倍量水提取挥发油。

2.3 提油时间考察 按处方比例称取当归 144 g、川芎 64 g 药材饮片(3 份),分别加入 10 倍量水浸泡 1 小时,提取挥发油,记录不同时间的收油量及累积收油率。结果见表 2。

表 2 提油时间考察(n=3)

时间/h	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
平均收油量/mL	0.4	0.6	0.8	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
累积收油率(%)	36.4	54.5	72.7	81.8	90.9	90.9	90.9	100	100	100

由实验结果可见,8 小时后提油量不再增加,可认为 8 小时累积收油率为 100%。

3 阿魏酸在蒸馏提取挥发性成分过程中的变化

3.1 供试品溶液的制备 分别精密吸取不同时间的蒸馏液 10 mL,2 份,离心,离心液置 60 mL 分液漏斗中,加乙醇乙酯萃取 3 次,每次 15 mL,合并乙酸乙酯层,蒸干,加甲醇定容到 2 mL,即得供试品溶液。

阿魏酸在蒸馏提取挥发性成分过程中的变化和蒸馏提取挥发油过程中不同时间有效成分阿魏酸峰面积的变化如表 3 所示。

苦参饮片炮制质量初探

★ 王文凯 欧阳敏 (江西中医学院 南昌 330006)

关键词:苦参;炮制品;浸出物;总碱;薄层色谱

中图分类号:R 283.3 文献标识码:A

苦参性味苦寒,具有清热燥湿、杀虫、利尿的功能,是中医临床常用中药。苦参含生物碱类成分,为苦参中主要有效成分,主要包括苦参碱和氧化苦参碱。苦参生物碱具有抗心律失常、抗病毒、抗肝纤维化、消炎、平喘、免疫调节及抗肿瘤等多种药理作用,其制剂在临床的应用日益广泛^[1,2]。历代文献记载苦参的炮制方法有醋制、酒制、胆汁制、炙制、油制、炒制、煨制、制炭、麸制等^[3]。本文对炒黄、炒炭、麸炒、酒炒、烘制法进行了水溶性浸出物、醇溶性浸出物、苦参总碱含量测定,并进行了薄层色谱分析。

表 3 蒸馏提取挥发油过程中阿魏酸峰面积变化($n=3$)

时间/h	阿魏酸峰面积
1	9774717
2	9868254
3	11415220
4	9269915
5	9091706
6	8352978
7	8020295
8	7325967
9	6945276

共水蒸馏提取挥发性成分过程中不同时间有效成分阿魏酸峰面积的变化趋势如下图 1 所示。

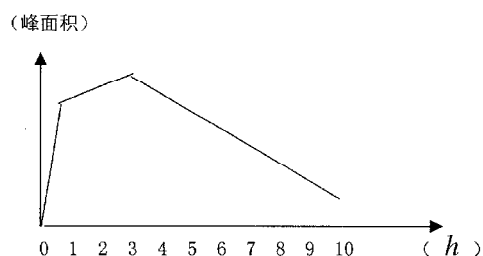


图 1 共水蒸馏提取挥发油过程中阿魏酸峰面积变化趋势

4 结论与讨论

(1)实验表明:当归、川芎中有效成分阿魏酸易

1 材料、试剂

1.1 药材 苦参饮片,购于武宁县医药公司,经鉴定为豆科植物苦参 *Sophore flavescens* Ait.干燥根的切制品。

1.2 辅料 黄酒,浙江省绍兴县丁港酿酒厂生产,酒精度:18%。

1.3 对照品 氧化苦参碱、槐定碱(中国药品生物制品检定所)。

1.4 试剂 基准邻苯二甲酸氢钾,基准无水碳酸钠,硅胶 G(薄层色谱用),氯仿、乙醇、乙醚、氨水、甲醇等试剂均为分析纯。

溶于热水中,且在蒸馏提取挥发性成分过程中对热不稳定,在约 3 小时时阿魏酸峰面积达到最大值,以后逐渐下降。当归、川芎挥发性成分的提取工艺为加 10 倍药材量的水浸泡 1 小时,8 小时提取挥发油的量达最大值。

(2)当归、川芎中所含挥发性成分与阿魏酸均为主要有效成分,在制剂制备工艺过程中应尽可能多的保留有效成分确保药效的发挥,故在确定提取工艺时必须进行综合考虑。由表 2 可知蒸馏提取在 3 小时时挥发油提取率可达 70% 以上,且阿魏酸峰面积达到最大值。

(3)当归、川芎中所含挥发性成分提取时间达 8 小时时提尽,若只考虑挥发性成分的提取率则最佳条件为 8 小时,但有效成分阿魏酸对热不稳定,在蒸馏提取 8 小时时,仅为最大峰面积的 60.84%,综合考虑挥发性成分提取率与阿魏酸提取率,提取时间确定在 3 小时为宜。

综上所述,由当归、川芎中所含主要有效成分的保留率确认当归、川芎共水蒸馏提取挥发性成分的较佳工艺为加 10 倍药材量的水浸泡 1 小时,提取时间以 3 小时为佳。

(收稿日期:2004-02-23)