

超声提取黄芩苷成分的实验研究

郭孝武(西安 710062 陕西师范大学应用声学研究所)

黄芩苷(Baicalin)是从唇形科植物黄芩根中提取分离出来的一种黄酮类化合物。依据药理研究证明黄芩苷是黄芩根中所含的主要有效成分,其含量约 4.0 ~ 5.2%。具有清热解毒、利胆、保肝、抗炎、抗变态反应等药理作用^[1]。临床上用于治疗肺热咳嗽、烦渴、热病烦燥、湿热泻痢等疾病^[2]。目前黄芩苷提取大都采用水煎煮提取法,但因加热时间长,既耗蒸气多,且生产效率又低^[3],因此,为了避免加热影响,提高得率,本文利用超声波产生的强烈振动、空化、粉碎、搅拌等特性,对黄芩苷提取工艺进行了研究,以提取黄芩苷的水煎煮法作对比实验,并对其成分进行定量比较。

1 试剂与仪器

黄芩(*Scutellaria baicalensis georgi*)干燥根(购自西

安市小寨中药店)粉碎成 80 目粉状;黄芩苷(99.99%, 陕西师范大学化学系提供);超声波发生器(频率 20, 800 和 1100kHz);紫外分光光度计(日本日立 U-200 型);核磁共振波谱仪(瑞士 AC-80 型);试剂均为分析纯。

2 实验方法

称取黄芩细粉,每份 50g,加 10 倍量水,分别用不同频率的超声处理 10, 20, 40, 60, 80 和 100min 或煎煮(随时补充水,以维持液面高度)1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 和 3.5h,过滤,滤液加盐酸调至 pH1 ~ 2, 80℃水浴保温 0.5h,待黄色沉淀完全析出后,过滤。在沉淀中加蒸馏水搅拌,逐加 40%NaOH 溶液调整至 pH6 ~ 7,待沉淀溶解后,再加入与加碱后的溶液相比的等体积 95%乙醇,

中国现代应用药学杂志 1999 年 6 月第 16 卷第 3 期

搅匀 50℃水浴保温 0.5h,过滤。滤液加盐酸调至 pH2~3,继续在水浴上保温,直到黄芩苷全部析出,过滤,用蒸馏水将沉淀洗至中性,抽滤,60℃干燥,得黄芩苷粗品。

将粗品研细,加蒸馏水,用 40% NaOH 溶液调至 pH6~7 使其溶解,加适量活性炭,水浴上保温 0.5h,过滤。滤液加盐酸调至 pH1~2,加入与加酸后的溶液相比的等体积 95%乙醇,在水浴 50℃保温半小时,至沉淀析出,放置,减压过滤,沉淀再用少量乙醇洗涤,抽干,60℃干燥,得黄芩苷,称重,计算提出率。

3 绘制标准曲线

取黄芩苷标准溶液(50μg/ml)按文献^[3]方法操作,在分光光度计上测出最大吸收波长,并在 λ_{max} = 278nm 处测定吸收度,以 70%乙醇作空白,在黄芩苷浓度 x (mg/ml) 为 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25 和 0.30 下分别测得吸收度 y 为 0.141, 0.273, 0.415, 0.537, 0.669 和 0.799。用最小二乘法线性回归,可得 y = 2.6286x + 0.0123, r = 0.9998 (p < 0.01)。

4 样品液的制备

将超声法、煎煮法所提得的纯黄芩苷样品各精确 5mg,分别用 70%乙醇配成黄芩苷浓度为 50μg/ml 的供试液备用。

5 实验结果

5.1 煎煮时间对黄芩苷提出率的影响

精密吸取煎煮不同时间的供试液各 5ml,放入 25ml 量瓶中,以 70%乙醇稀释至刻度,摇匀。以 70%乙醇作空白,于分光光度计上波长为 278nm 处测其吸光度,由回归方程式中计算出测得值,按下式:

表 3 超声频率与黄芩苷提出率的关系

超声频率(KHZ)	粗黄芩苷重(g)	吸光度	测得值(mg)	含量(%)	纯黄芩苷得量(g)	提出率(%)
20	1.8445	0.635	0.2362	94.47	1.7425	3.4850
800	1.7498	0.582	0.2171	86.84	1.5195	3.0390
1100	1.4688	0.571	0.2131	85.26	1.2523	2.5045

6 讨论

6.1 由表 1 看出黄芩苷的提出率随煎煮提取时间的延长而提高,但煎煮时间再延长,其黄芩苷提出率增加很少,以煎煮时间 3h 为宜。

6.2 由表 2 数据看出,从中药黄芩中用超声提取黄芩苷,其提出率随提取时间的延长而增加,到一定时间,再延长,其提出率增加不多,但其含量有一极限值。原因是超声提取时间越长,粗品中杂质越多,在同取 5mg 中,其含量低,故含量随提取时间有一极值。由上说明,超声提取以 40min 为宜。

6.3 从表 3 详细数据看

$$\text{黄芩苷含量}(\%) = \frac{\text{测得值}(\text{mg})}{\text{样品重}(\text{mg}) \times 5\%} \times 100\%$$

计算出黄芩苷百分含量,再求出黄芩苷的提出率。结果见表 1。

5.2 超声提取时间对黄芩苷提出率的影响

精密吸取超声提取不同时间的供试液各 5ml,放入

表 1 煎煮时间与黄芩苷提出率的关系

提取时间(h)	吸收度	测得值(mg)	含量(%)	提出率(%)
1.0	0.487	0.1806	72.24	1.5349
1.5	0.526	0.1954	78.17	1.6727
2.0	0.543	0.2019	80.76	1.7352
2.5	0.554	0.2061	82.43	1.7825
3.0	0.568	0.2114	84.56	1.8582
3.5	0.569	0.2118	84.71	1.8599

25ml 量瓶中,并以 5.1 方法稀释,测其吸光度,计算出测得值、黄芩苷含量和提出率。结果见表 2。

表 2 超声提取时间与黄芩苷提出率的关系

提取时间(h)	吸收度	测得值(mg)	含量(%)	提出率(%)
10	0.557	0.2072	82.89	1.9799
20	0.612	0.2281	91.26	2.9288
40	0.633	0.2361	94.45	3.4844
60	0.589	0.2194	87.76	3.4911
80	0.585	0.2179	87.15	3.5181
100	0.580	0.2160	86.39	3.5498

5.3 超声频率对黄芩苷提出率的影响

精密吸取不同频率超声各提取 40min 的供试液 5ml,放入 25ml 量瓶中,以 5.1 方法稀释,并测其吸光度,计算出测得值、黄芩苷含量和提出率。结果见表 3。

出,在同一提取时间下,超声频率不同,其黄芩苷成分的提出率也不同,但用超声法提取都比煎煮法提取 3h 时的提出率都高。其原因是超声能产生空化效应,具有粉碎、搅拌等特殊作用,使黄芩植物组织在溶剂中瞬时产生的空化泡的崩溃,而使组织中的细胞破裂,以利于溶剂渗透到植物细胞内部,使细胞中的黄芩苷成分进入水溶剂之中,加速相互渗透、溶解,以增加黄芩中的主要成分黄芩苷在水中的溶解度。故在超声的作用下,无需加热也可增加黄芩苷成分的提出率。还可看出黄芩苷成分的提出率随超声频率的增大而减少,其

原因是低频超声空化效应强,所以尤以频率为 20kHz 的超声提取的提出率为多。

6.4 利用超声提取黄芩中的黄芩苷,在提取时,应设法使酶失活,以避免黄芩苷被酶化,影响黄芩苷提出率。其原因是用超声提取无需加热,会使黄芩根中的黄芩苷易被酶解而变成水不溶性的黄芩素,通过氧化而变成绿色,以影响黄芩苷的提取。

6.5 黄芩苷成分的比较

为了进一步考查超声与煎煮两种方法所提取的黄芩苷是否有差异,用核磁共振波谱仪测其氢谱,用紫外分光光度计测其频谱,结果表明两种提取法所得的黄芩苷图谱一致,说明超声提取法没有改变黄芩苷成分

的结构。

黄芩根中所含成分复杂,本文用超声法提取仅对黄芩苷成分的影响进行了初步探讨,对其他成分的影响有待进一步研究。

参考文献

- 1 王浴生.中药药理与应用.北京:人民卫生出版社,1983:956.
- 2 四川医学院:中草药学.北京:人民卫生出版社,1980:325.
- 3 陆蕴如.加压和常压煮提取部分中药材主要化学成分提出率比较.中草药通讯,1978,1(10):10.

收稿日期:1998-05-11