

提取温度和时间对大黄片主要蒽醌苷类成分的影响

陈东东, 李 丽*, 张 村, 田国芳, 肖永庆
(中国中医科学院 中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 比较温浸和煎煮两种提取方法对大黄饮片主要蒽醌苷类成分的影响。从化学成分变化的角度解释其服用方法的合理性。方法: 大黄饮片分别以 60 ℃和 100 ℃浸提, 并以 HPLC 法进行分析, 比较在两个温度提取时, 大黄饮片主要蒽醌苷类成分色谱峰峰面积随浸提时间变化的情况。结果: 60 ℃提取对主要蒽醌苷类成分色谱峰峰面积的影响较缓和, 峰面积在 50 min 时最大。100 ℃提取 8 min 时, 主要蒽醌苷类成分峰峰面积最大, 10 min 后大部分色谱峰面积显著降低。结论: 当大黄作为泻下药煎服时, 其煎煮时间在 8~ 10 min 之内; 而温浸服用时, 温浸时间以 50 min 最佳。此结果与大黄生片大黄入煎剂后下或温水浸泡服用的临床应用特点相符合, 并从化学成分的角度对其进行了合理地解释。

[关键词] 温度; 时间; 大黄饮片; 蒽醌苷类成分

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)10-0050-02

大黄为临床常用的泻下药, 生品气味重浊, 走而不守, 直达下焦, 以攻积泻导滞、泻火解毒为主, 泻下作用峻烈, 易伤胃气, 其泻下主要成分为蒽醌苷类成分。大黄入汤剂一般应后下, 或用温水泡服, 久煎则泻下力减弱^[1]。由此推测, 长时间高温煎煮可能会破坏其泻下的主要有效成分(蒽醌苷类成分)。因此, 结合大黄的临床应用特点, 本课题对不同提取温度和时间大黄饮片提取物的 HPLC 图谱进行了分析比较, 以期探索大黄传统服用方法的合理性。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪(Waters 2695 Separations Module, Waters 2996 PAD 检测器, Empower 数据处理软件); 超声清洗器 KQ-500DB(昆山市超声仪器有限公司); EYELA 旋转蒸发器; 甲醇为色谱纯, 水为纯净水; 其它试剂均为分析纯。

实验用药材采自青海玉树, 经中国中医科学院中药研究所胡世林教授鉴定为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L. 的根及根茎; 供试饮片以掌叶大黄药材为样品, 按照《全国中药炮制规范》相关项下的炮制方法, 制备成大黄生片供实验分析用。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件^[2] Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ 5 μ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), phenomenex 保护柱, 柱芯(3 mm × 4 mm); 流动相: 甲醇(A)-1.0% 冰醋酸溶液(B) 梯度洗脱, 0~ 10 min: A 由 5% 升至 30%, 10~ 40 min: A 由 30% 升至 60%, 40~ 60 min: 60% A, 60~ 70 min: A 由 60% 升至 100%, 70~ 75 min: 100% A; 检测波长: 280 nm。柱温: 30 ℃; 流速为 1.0 mL·min⁻¹。在此条件下, 不同大黄饮片均可得到较好分离。

2.2 供试品溶液的制备 取大黄生片粉末(过 40 目筛) 0.5 g, 精密称定 14 份, 置具塞锥形瓶中, 分别精密加入蒸馏水 25 mL, 密塞, 称定重量, 分别于 60 ℃和 100 ℃水浴浸泡提取 10, 20, 30, 40, 50, 60, 120 min, 放冷, 再称定重量, 以蒸馏水补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 滤液分别减压回收至干。精密称取各提取物总的 10%, 加甲醇溶解, 定容至 10 mL, 过微孔滤膜(0.45 μm) 即得。

2.3 不同提取温度和时间大黄生片 HPLC 图谱比较 60 ℃提取不同时间比较结果显示, 其主要苷类成分色谱峰在提取 50 min 时峰面积最高。100 ℃提取时其主要苷类成分色谱峰在 10 min 时峰面积最大。结果见图 1~ 2。

由于 100 ℃提取 10~ 120 min 时其主要苷类成分色谱峰面积在 10 min 时最高, 因此本实验又增加了 100 ℃提取 2, 4, 6, 8, 10 min 各色谱峰面积的比较。结果, 其主要苷类成分色谱峰面积在 8 min 时达到最高。见图 3。

[收稿日期] 2009-04-16

[基金项目] 国家自然科学基金重点项目(30730111)

[通讯作者] * 李 丽, Tel: (010) 84040221; E-mail: lili7755@163.com

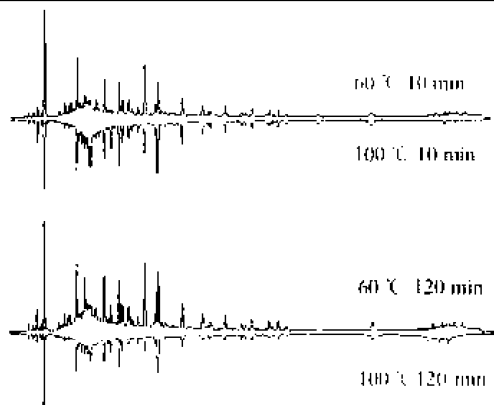


图 1 同一时间不同提取温度大黄生片 HPLC 色谱图

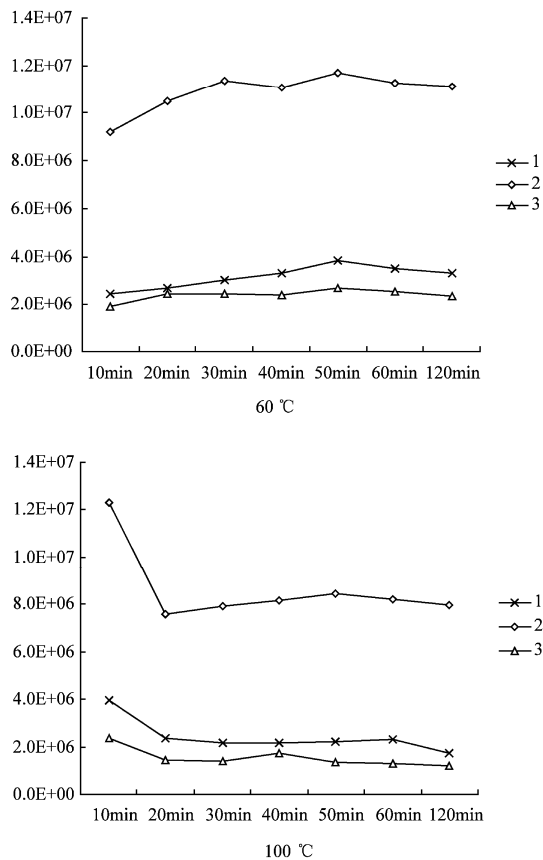


图 2 不同提取温度蒽醌苷类成分峰面积变化情况

1. 芦荟大黄素-8-O-葡萄糖苷; 2. 大黄酸-8-O-葡萄糖苷; 3. 大黄素-8-O-葡萄糖苷(图 3 同)

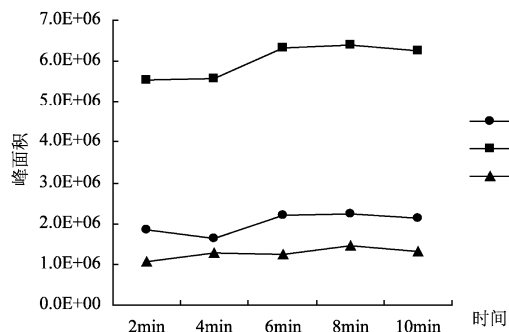


图 3 100 °C 提取 2~ 10 min 蒽醌苷类成分峰面积变化情况

3 讨论

大黄生片具有较强的泻下作用, 其泻下的主要成分为蒽醌苷类^[3]。当以 60 °C 水浴温浸提取时, 苷类成分色谱峰的峰面积变化较缓和, 且以 50 min 时提取率最高, 尤其是芦荟大黄素-8-O-葡萄糖苷、大黄酸-8-O-葡萄糖苷、大黄素-8-O-葡萄糖苷等蒽醌苷类成分。提取温度升高至 100 °C 时, 各色谱峰的峰面积与低温(60 °C)提取时相比发生了显著的变化。10 min 之内, 大部分色谱峰的峰面积随提取时间的增加而增加, 并以 8 min 时提取率最高。但提取时间超过 10 min 后(20~ 120 min), 蒽醌苷类成分色谱峰面积呈显著的下陷趋势。以上结果对生大黄的临床应用特点给予了合理地解释, 生大黄泻下成分蒽醌苷类在高温短时(8 min)即可达到较高的溶出, 但高温提取超过 10 min 其蒽醌苷类成分的含量会显著降低, 从而影响其泻下作用; 而 60 °C 温浸服用时, 温浸时间以 50 min 最佳。因此, 临床上生大黄入煎剂后下或温水冲泡服用。

[参考文献]

- [1] 雷载权. 中药学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002: 171.
- [2] 张村, 肖永庆, 李丽, 等. 大黄不同饮片指纹图谱研究[J]. 北京中医药大学学报, 2009, 32(2): 118.
- [3] 龚千锋. 中药炮制学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2003: 170.