

# 超微粉碎决明子对其大黄酚溶出量的影响

李晓明, 王跃生, 闫寒, 章军, 唐晓军  
(中国中医研究院中药研究所, 北京 100700)

**摘要:** 对超微粉碎前后决明子进行大黄酚溶出量的对比研究。结果表明: 在相同提取时间的条件下水煎煮决明子药材, 大黄酚的提取率只有 7.6%, 而经不同条件超微粉碎后的各组决明子的提取率分别提高到 69.7%、57.1%、32.4%; 5min 水浸泡下, 决明子微粉中总大黄酚含量与药材水煎煮 90min 的含量相当。粉碎前对样品进行适当干燥可提高总大黄酚的溶出量。

**关键词:** 超微粉碎; 决明子; 大黄酚

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2001)06-0006-03

## Influence of Semen Cassia by Supermicro-pulverization on Its Dissolved Matter of Chrysophanol

LI Xiao-ming, WANG Yue-sheng, YAN Han, ZHANG Jun, TANG Xiaojun

(Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of TCM, Beijing, 100700)

**Abstract:** Comparative study of dissolved matter of chrysophanol of semen Cassia and the powder by supermicro-pulverization was made. In same extraction time only 7.6% chrysophanol in semen Cassia was extracted compared with in the groups of supermicro-pulverized powder of semen Cassia in which 69.7%, 57.1% and 32.4% chrysophanol were extracted. The amount of dissolved matter of chrysophanol of supermicro-pulverized powder of semen Cassia by 5 minutes immersed in water was same compared with that of crude drug of semen Cassia by 90 minutes decocted. Proper desiccation of sample before supermicro-pulverization could increase dissolved matter of chrysophanol.

**Key words:** Supermicro-pulverization; Semen Cassia; Chrysophanol

超微粉碎技术在中药领域中的应用是近年来兴起的一项新技术。经超微粉碎后的中药材, 粒度细微均匀, 细胞壁多被破碎, 甚至完全破碎, 因而比表面积增加, 有利于内容物的溶出, 便于有效成分的提取。所以, 采用超微粉碎技术处理中药材是该技术在中药领域中应用的一个重要方面, 因而合理应用该技术具有较现实的研究意义。

决明子为豆科植物决明 *Cassia obtusifolia* L. 或小决明 *C. tora* L. 的成熟种子, 为常用中药<sup>[1]</sup>。决明子具有驱风散热、清肝明目、润肠通便功能, 临床常用于治疗目赤肿痛、青盲、雀目、大便秘结等症。现代研究表明, 决明子含蒽醌类衍生物, 如大黄酸、大黄素等, 其中以大黄酚含量最高, 文献报道约为 0.25%<sup>[2]</sup>, 总蒽醌含量约为 0.61%<sup>[3]</sup>; 另外还含有维生素 A 样物质、粘液、蛋白质、谷甾醇、氨基酸及脂肪油等成分。近年来研究证明, 决明子蒽醌类化合物是降血脂的主要成分之一<sup>[4]</sup>, 此外, 决明子还具有降压作用<sup>[5]</sup>及明显改善体内胆固醇的分布, 这些均有利于预防动脉粥样硬化<sup>[6]</sup>等心脑血管疾病。本文拟

研究经超微粉碎后的决明子, 其微粉中对所含蒽醌类化合物大黄酚溶出量的影响。

### 1 仪器与材料

**1.1 仪器** 超微粉碎机: 型号: BFM-6B. (SM) 济南倍力粉技术工程公司。

**1.2 日立 7400 高效液相色谱仪。**

**1.3 药材** 决明子由同仁堂饮片厂提供, 为 *C. obtusifolia* L. 和 *C. tora* L. 的成熟种子的混合物; 决明子的超微粉碎由济南倍力粉技术工程公司加工并提供, 粒度的测定在电脑成像粒度分析仪上进行, 各微粉样品的粉碎条件如下:

决明子粉碎条件及粒度

决明子样品	粉碎 25'	粉碎 32'	粉碎 40'
	200 目通过率 (%) / 平均粒径 D <sub>50</sub> ( $\mu$ m)	300 目通过率 (%) / 平均粒径 D <sub>50</sub> ( $\mu$ m)	300 目通过率 (%) / 平均粒径 D <sub>50</sub> ( $\mu$ m)
未干燥	88/8.29	65/6.71	72/6.12
80℃干燥 1h	94/7.31	76/8.45	81/7.36
80℃干燥 4h	99/8.18	81/1.68	88/1.76

**1.4 试剂** 大黄酚对照品购自中国药品生物制品

检定所(批号:796-9302)。甲醇为色谱纯,氯仿、磷酸为分析纯,水为超纯水。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: YWG-C<sub>18</sub> 10 $\mu$ m (4.6mm  $\times$  250mm), 流动相: 甲醇-0.1%磷酸液(90:10), 流速: 1ml/min, 检测波长: 254nm, 柱温: 30 $^{\circ}$ C。

**2.2 标准曲线制备** 精密称定大黄酚对照品4.18mg, 用甲醇溶解并定容于50ml棕色量瓶中, 精确吸取0.5、1.0、2.0、4.0、5.0ml于5个10ml量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。按色谱条件测定, 进样量为20 $\mu$ l。线性范围0.0836~0.8360 $\mu$ g, 线性回归方程为  $Y = 2.69 \times 10^6 X - 7.83 \times 10^3$ ,  $r = 0.9998$ 。

**2.3 精密度试验** 取大黄酚对照品溶液, 重复进样5次, 每次10 $\mu$ l, 对照品大黄酚峰面积积分值的RSD为1.4%。

**2.4 稳定性试验** 取决明子微粉样品溶液(干燥1hr, 粉碎32', 提取15'), 在0、2、4、6hr分别进样10 $\mu$ l, 记录峰面积, 结果4次进样峰面积的RSD为1.9%。

**2.5 重复性试验** 取决明子微粉样品溶液(干燥1hr, 粉碎32', 提取15')5份。按样品测定法测定, 结果大黄酚的平均含量为1.34mg/g, RSD为1.8%。

**2.6 加样回收试验** 取已知含量的决明子微粉样品(干燥1hr, 粉碎32', 提取15')约0.10g, 精密称定, 加入对照品溶液适量(0.116~0.155mg), 挥干, 按样品测定法测定, 平均回收率为93.5%, RSD为2.5% ( $n = 4$ )。

### 3 供试品溶液制备与测定

**3.1 取决明子粉末**(用小型粉碎机粉碎, 过40目筛, 不去皮)2g, 精密称定, 用索氏提取器甲醇提取至无色, 提取液定容于100ml量瓶; 精密吸取该提取液10ml于蒸发皿中, 50 $^{\circ}$ C水浴蒸干, 加2ml 2.5mol/L硫酸液溶解残渣, 洗入20ml具塞试管, 沸水浴上水解2h, 间断振摇, 放至室温, 将水解液移入分液漏斗中, 用氯仿振摇提取三次(8、8、4ml), 合并氯仿液, 用蒸馏水洗涤二次, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至10ml量瓶中, 摇匀, 即得。

**3.2 取决明子约10g共5份**, 精密稳定, 分别加蒸馏水100ml于具塞三角瓶中, 称重, 加热回流15'、30'、45'、60'、90', 放冷, 称重, 加蒸馏水补足重量, 摇匀, 过滤, 滤液待用; 精密吸取以上各提取液10ml, 于蒸发皿中, 水浴蒸干, 置干燥器中至恒重, 称重, 用于浸出物量测定。

**3.3 超微粉碎前决明子中总大黄酚含量及提取率的测定** 吸取上述五组提取液2ml至大试管中, 加5mol/L硫酸液2ml, 其余操作按3.1制备样品液, 按色谱条件测定。结果见表1:

表1 不同提取时间对决明子总提取物含量和总大黄酚含量的影响

提取时间 (min)	总提取物含量 (%)	总大黄酚含量 (mg/g)	提取率 (%)
15	10	0.18	7.6
30	14	0.62	26.1
45	15	0.78	32.8
60	19	1.02	42.9
90	22	1.69	71.0
索氏提取(6h)	—	2.38	100

**3.4 超微粉碎后决明子中总大黄酚含量测定** 取决明子各微粉组之微粉约1g共4份, 置具塞三角瓶内, 加蒸馏水50ml, 在80 $^{\circ}$ C水浴上温浸5、15、30、45min; 取出, 放冷, 离心, 吸取上清液2ml置于20ml具塞大试管, 加5mol/L硫酸溶液2ml, 其余操作按3.1制备样品液, 按色谱条件测定。结果见表2、表3:

表2 不同温度对提取决明子微粉中大黄酚含量的影响(干燥4h, 粉碎25')

温度( $^{\circ}$ C)	60	70	80	90
含量(mg/g)	1.33	1.34	1.58	1.46

表3 不同时间对提取决明子微粉中总大黄酚含量的影响(mg/g) (80 $^{\circ}$ C)

微粉组	提取5min/ 提取率	提取15min/ 提取率	提取30min/ 提取率	提取45min/ 提取率
粉碎25'	0.42/17.6	0.46/19.3	0.50/21.0	0.48/20.2
未干燥 粉碎32'	0.42/17.6	0.77/32.4	0.72/30.3	0.85/35.7
粉碎40'	0.65/27.3	0.70/29.4	0.74/31.1	0.55/23.1
粉碎25'	1.60/67.2	1.69/71.0	1.59/66.8	1.56/65.5
干燥1h 粉碎32'	1.54/64.7	1.36/57.1	1.36/57.1	1.23/51.7
粉碎40'	1.05/44.1	0.87/36.6	0.92/38.7	0.73/30.7
粉碎25'	1.73/72.7	1.48/62.2	1.59/66.8	1.66/69.7
干燥4h 粉碎32'	1.60/67.2	1.66/69.7	1.96/82.4	1.82/76.5
粉碎40'	0.93/39.1	0.90/37.8	1.00/42.0	1.09/45.8

### 4 讨论

**4.1 粉碎条件与粒度的相关性** 从“决明子粉碎条件及粒度”表中可以看出: ①物料的干燥程度或含水率对粉碎细度有直接的影响, 即含水率越低有助于

粉碎成细颗粒; ②当含水率相同时, 粉碎时间越长粉碎的粒度越细小, 但粉碎到一定的时间点时, 再延长粉碎时间, 则对粒度的影响变小, 提示: 对决明子的粉碎时, 存在最佳粉碎条件的确定问题。

#### 4.2 粉碎前后决明子总大黄酚提取率的比较 ①

从表1中可以看出, 未粉碎决明子在提取条件相同的情况下, 提取时间越长, 提取率越高, 煮提3次, 每次30min时, 提取率可达到71.0%。②从表3中可以看出, 超微粉碎后, 提取时间的延长对提取率影响不大, 提示: 经超微粉碎后, 细胞壁被破碎, 有助于总大黄酚的溶出, 且溶出速度加快, 提取5min时, 即可达到或接近浓度平衡; 实验中还发现, 随着提取时间的延长, 溶液的粘稠度也不断增加。两者比较: 水煎煮决明子药材(提取15min), 大黄酚的提取率只有7.6%(以索氏提取器为100%计), 而经不同条件超微粉碎后的各组决明子的提取率分别提高到69.7% 57.1% 32.4%; 如按提取总大黄酚含量不变比较, 在80℃ 5min水浸泡下, 决明子微粉(干燥4h、粉碎32min)中总大黄酚含量与药材水煎煮90min的含量相当。③从表3中可以看出: 用相同的提取时间下, 粒度越细, 溶出量越高, 如粉碎25min、提取5min组, 未干燥溶出量为0.42, 干燥1h为1.60, 而干燥4h为1.73。但从延长粉碎时间增加细度的样品组看, 细度越小, 溶出量反而下降, 尤其是粉碎40min组, 溶出量下降明显; 而未干燥组, 由于粉碎时间延长, 对粒度影响不大, 因此对溶出量的减少不明显,

提示: 粉碎时间的延长, 对总大黄酚类成分有一定影响, 说明, 从有效成分的溶出和保留来看, 也存在最佳粉碎条件的确定问题。可见, 超微粉碎技术应用于中药的粉碎时, 存在一定的应用规律和应用条件等科学问题, 并不是一个简单的粉碎过程, 应引起足够的重视。

在本实验中, 将决明子粉碎去皮, 其总大黄酚含量增加近74%, 提示蒽醌类物质主要存在于果实中, 皮中含量较少; 游离的大黄酚仅占总大黄酚含量的1.47%。此外, 有关超微粉碎后对决明子中蒽醌类成分稳定性的研究及相关药效学研究正在进行中。

#### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 112.
- [2] 张启伟, 阴健, 张俊, 等. 生、炒决明子及其煎剂中部分活性成分的比较[J]. 中草药, 1996, 27(2): 79.
- [3] 王慕邹, 梁彬, 沙世炎, 等. 植物药中一些主要成分测定方法的研究 III. 蒽醌的测定方法[J]. 药学学报, 1963, 10(12): 720.
- [4] 曾大富, 陈建民, 连文沃, 等. 中国决明属研究进展[J]. 川药校刊, 1991, (4): 35.
- [5] 刘菊秀, 苗戎, 狄俊英, 等. 决明子降压作用的实验研究[J]. 天津中医, 1990, (5): 37.
- [6] 陈卫星, 刁国俊, 蒋文娟, 等. 决明子对高胆固醇血症小鼠模型的影响[J]. 中草药, 1991, 22(2): 72.