

# 黄毛槲木不同部位中齐墩果酸含量测定

郑军民 徐鸿华 林 励

(广州中医药大学中药资源研究室, 广州 510407)

黄毛槲木 *Aralia decaisneana* Hance 系五加科槲木属植物, 在我国南方地区有丰富的资源, 主产江西、广西、广东等省区<sup>[1]</sup>。习惯上用其根或根皮入药, 具散瘀消肿、祛风利湿、保肝等功效, 主治风湿腰痛、肝炎和肾炎等<sup>[2]</sup>。民间以黄毛槲木根作单方来治疗肝炎。根中主含槲木皂甙, 甙元均为齐墩果酸<sup>[3]</sup>。有资料表明, 槲木中的皂甙类成分为其有效成分<sup>[4]</sup>。此外齐墩果酸具保肝、降酶、抗炎等药理作用<sup>[5]</sup>, 目前临床上已使用从黄毛槲木中提取的齐墩果酸制成的片剂, 治疗肝炎及中毒性肝损伤<sup>[1]</sup>。对广西产的黄毛槲木不同部位中齐墩果酸含量进行测定曾有报导<sup>[6]</sup>, 但有关广东产的黄毛槲木不同部位中齐墩果酸含量的比较研究尚未见报导, 故本文对此进行了研究, 现报导如下:

## 1 仪器、试剂及样品

### 1.1 仪器

CS-920 型高速薄层扫描仪(日本岛津), 定量毛细管 Drummond USA, 薄层铺板器, 玻璃烧结层析仪(上海信谊仪器厂), TD-18 型精密天平(2/10 万, 湘平天平仪器厂)。

### 1.2 试剂

硅胶 G(青岛海洋化工厂), 氯仿、甲醇、浓硫酸、95% 乙醇为分析纯, 齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所)。

### 1.3 样品

样品采自始兴车八岭国家自然保护区, 原植物经华南植物研究所蒋林老师鉴定为黄毛槲木 *Aralia decaisneana* Hance。分根、根皮、茎、茎皮、茎木质部等样品, 各粉碎成粗粉, 60℃ 干燥 6 小时, 取出置干燥器内备用。

## 2 测定方法

### 2.1 对照品溶液的制备

准确称取齐墩果酸对照品 1 mg, 氯仿-甲醇(1:1)制成 0.525 mg/ml 的对照品溶液。

### 2.2 样品溶液的制备

准确称取各样品约 2 g, 以 120 ml 甲醇浸渍过夜, 加热回流 5 小时, 趁热倒出, 水浴挥尽甲醇, 用蒸馏水溶解残渣(3 ml×4), 移至 20 ml 具塞试管中, 加水至 15 ml, 加 20% 硫酸 5 ml, 沸水浴水解 5 小时, 水解液放至室温, 用 20% 氢氧化钠溶液调至 pH 值约 2~3, 用氯仿萃取(25 ml×6), 氯仿萃取液水浴挥至 5 ml, 过滤, 移至 10 ml 容量瓶, 加氯仿定容至刻度, 得样品液。

2.3 薄层层析条件及测定波长的确定

硅胶 G 以 0.5%CMC 湿法铺板,厚约 0.5 mm,105℃活化 30 min 后置干燥器内备用,以定量毛细管点样。展开剂:CHCl<sub>3</sub>-CH<sub>3</sub>OH(20:1),展距 8 cm,取出挥干,用 10%硫酸乙醇显色 80℃加热 6 min,取出加盖另一事先加热的洁净玻板,并用透明胶封四周,再置烘箱内加热 2 min,取出放冷后以 CS-920 薄层扫描仪作扫描讯号值检测,在 519 nm 处有最大吸收峰,确定色谱扫描波长为 519 nm。

2.4 标准曲线的制备

以定量毛细管分别点对照品溶液 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0 μl 于同一薄层板,依法展开、显色、扫描。扫描条件:反射法锯齿扫描,λ=519 nm,SX=OFF,狭缝 1.25 mm×1.25 mm。以点样量(μl)为横坐标,面积积分值为纵坐标,得齐墩果酸标准曲线回归方程为  $Y=2842.31X-72.28$ ,相关系数  $r=0.9995$ 。

2.5 稳定性实验

点样后展开、显色、每隔一定时间对同一齐墩果酸斑点进行色谱扫描,考察其稳定性,结果显示,齐墩果酸斑点面积积分值 85 min 内基本稳定,结果见表 1。

表 1 稳定性实验结果

t(min)	0	5	30	60	85
面积积分值	6819	6850	6966	6967	6848

2.6 精密度试验

在同一薄层板上点同一样品溶液共 6 点,展开、显色、扫描,作精密度考察。结果表明,本法测定齐墩果酸的变异系数为 1.66%,数据重现性良好,结果见表 2。

表 2 精密度试验结果

	1	2	3	4	5	6	$\bar{X} \pm SD$	RSD%
面积积分值	3859	3998	3895	3804	3864	3900	3886±64	1.66

2.7 样品含量测定

取样品溶液 1 μl,以及对照品溶液 0.5 μl 及 5 μl,点于同一薄层板,按 2.1.4 法展开、显色、扫描,根据对照品与样品扫描面积积分值,以外标两点法计算样品含量,结果见表 3。

表 3 始兴产黄毛槲木不同部位中齐墩果酸含量

样 品	含 量 (%)				
	1	2	3	$\bar{X} \pm SD$	RSD
根	1.2797	1.2977	1.2792	1.2855±0.01054	0.82
根 皮	1.6089	1.6250	1.4978	1.5772±0.06926	4.39
根木质部	0.8526	0.8437	0.8312	0.8425±0.01075	1.28
茎	0.3426	0.3285	0.3355	0.3355±0.007050	2.10
茎 皮	0.4209	0.4457	0.4589	0.4418±0.01929	4.42
茎木质部	0.3053	0.2867	0.2826	0.2915±0.01209	4.14

从上表中可看出,黄毛槲木不同部位中齐墩果酸含量由高到低的顺序为:根皮>根>根木

质部>茎皮>茎>茎木质部。

## 2.8 加样回收率试验

准确称取广东样品粗粉 1 g 共 3 份, 0.8 g 的 3 份, 前 3 份同样品分析项下操作, 后 3 份分别加入约 2 mg 齐墩果酸对照品, 6 份皆再按样品分析项下制备样品溶液, 测定齐墩果酸含量, 计算回收率, 试验结果良好, 见表 4。

表 4 加样回收率试验结果

对照品	加入量(mg)	回收量(mg)	回收率(%)	$\bar{X} \pm SD$ (%)	RSD
	2.14	2.08	97.20		
齐墩果酸	2.14	2.17	101.40	$99.07 \pm 0.02138$	2.16
	2.14	2.11	98.60		

## 3 讨 论

3.1 以薄层扫描法测定齐墩果酸含量, 以 10% 硫酸乙醇显色后斑点稳定性较差, 因此需在显色后 80℃ 加热 6 min 即于薄层板上加盖一洁净玻板, 并用透明胶加封四周, 再加热 2 min, 如此斑点稳定性良好。

3.2 硫酸水解后的溶液 pH 值约为 1, 若用氯仿直接进行萃取分取氯仿层, 则在水浴挥氯仿过程中由于硫酸浓度的增高而容易碳化, 若将氯仿萃取液用水洗又会造成损失, 因而将酸水解液的 pH 值调至 2~3, 则不会发生碳化现象, 从而减少了损失, 此外为了确保萃取完全, 增加萃取次数, 并增大每次萃取溶剂的量, 使测定结果可靠。

3.3 齐墩果酸对稀硫酸表现稳定, 有资料表明与齐墩果酸结构相似的仙客来皂甙元在 10% 硫酸水液中加热 12 h, 其结构不变化, 齐墩果酸对高温也呈现稳定<sup>[7]</sup>, 为了加大水解力度, 采用 5% 硫酸沸水浴水解 5 h,

3.4 含量测定结果表明, 黄毛槲木不同部位中齐墩果酸的含量均较高, 其由高到低的顺序为: 根皮>根>根木质部>茎皮>茎>茎木质部, 其齐墩果酸高的达 1.5%, 低的也在 0.29% 左右, 与青叶胆(0.31%)<sup>[8]</sup>中的含量相近, 比报导的广西产黄毛槲木中齐墩果酸的含量要高。若从齐墩果酸的含量来看, 黄毛槲木可作为齐墩果酸的资源植物, 广东省可大力开发利用; 目前, 在医药市场上出售的黄毛槲木是根与茎一同入药的, 而以往的药用习惯为其根、根皮及茎皮, 此测定结果, 为黄毛槲木综合入药提供了一部分科学依据。

## 参 考 文 献

- 1 王忠壮, 汤海峰, 苏中武, 等. 槲木属药用植物资源调查. 中国中药杂志, 1997, 22(1): 3
- 2 熊文愈, 汪计珠, 石同岱, 等. 中国木本药用植物. 上海: 上海科技教育出版社, 1993: 621
- 3 方乍浦, 周迎新, 曹宪仪. 黄毛槲木皂甙的分离鉴定. 植物学报, 1992, 34(6): 461
- 4 姜永涛, 徐绥绪. 辽东槲木的研究进展. 沈阳药学院学报, 1991, 8(3): 229
- 5 李树殿. 从辽东槲木中提取齐墩果酸. 中药材, 1985, (5): 20
- 6 钟键金, 曾元儿. 广西黄毛槲木不同部位齐墩果酸含量测定. 药物分析杂志, 1995, 15(增刊)
- 7 赵争胜, 邢黎明, 任宏峰. 槲木中齐墩果酸甙水解条件研究. 西北药学杂志, 1990, 5(4): 26
- 8 张登科, 孙文基, 沙振方. 35 种植物齐墩果酸含量比较. 中药材, 1989, 12(12): 19