

表1 不同添加剂对水溶液中丹参酚酸B的影响
Table 1 Effect of salvianolic acid B in solutions with different additives

添加剂	溶液中丹参酚酸B/(mg·mL ⁻¹)				保温72h后丹参酚酸B的变化率/%
	0h	24h	48h	72h	
碱代硫酸钠	0.40	0.35	0.32	0.31	-22.50
偏重亚硫酸钠	0.40	0.39	0.39	0.38	-5.00
抗坏血酸	0.40	0.41	0.40	0.40	0.00
L-半胱氨酸盐酸盐	0.40	0.40	0.39	0.38	-5.00
亚硫酸氢钠	0.40	0.39	0.39	0.38	-5.00
亚硫酸钠	0.40	0.35	0.31	0.30	-25.00
EDTA-2Na	0.40	0.40	0.39	0.35	-12.50
空白	0.40	0.31	0.29	0.26	-35.00

从检测结果看,所用添加剂或多或少都对溶液中的丹参酚酸B有保护作用,酸性抗氧化剂偏重亚硫酸钠、抗坏血酸、L-半胱氨酸盐酸盐和亚硫酸氢钠效果明显,丹参酚酸B降低程度不大于5%,其中又以抗坏血酸为最佳,80℃水浴保温72h后,丹参酚酸B未见明显变化。络合剂EDTA-2Na效果稍差一些,而碱性抗氧化剂硫代硫酸钠和亚硫酸钠效果最差。

3 讨论

丹参酚酸B是丹参中的量最高的酚酸类成分,也是丹参具有活血化癥功能的主要活性成分,但由于丹参酚酸B的化学稳定性差,所以目前的丹参制剂多以丹参酚酸B的分解产物丹参素或原儿茶醛作为主要有效成分或指标成分。因此弄清影响丹参

酚酸B稳定性的各种因素,不但有助于探索以丹参酚酸B为主要成分的新制剂的研制,而且对目前以丹参素、原儿茶醛为主成分的丹参制剂的工艺改进和质量控制也具有重大参考价值。

不同添加剂在实际应用中的用量并不尽相同,本实验中为了便于做出定性判断,均采用0.1%的加入量,结果显示了一个明显的趋势,即酸性添加剂对溶液中丹参酚酸B的保护作用明显好于碱性或中性添加剂,这可能是加入添加剂后引起的pH环境的改变对丹参酚酸B的稳定性也具有重要作用。

本实验采用80℃水浴保温的加速试验法考察不同添加剂对丹参酚酸B稳定性的影响,并最长考察了保温72h后的丹参酚酸B变化,该时间长度基本相当于丹参酚酸B制剂的一个生产周期。由于影响丹参酚酸B稳定的因素有很多,目前已知除添加剂外,尚有pH、样品浓度等,因此如何保持丹参酚酸B在水溶液中长期稳定性,尚有待于进一步的综合研究。

References:

- [1] Guo L P, Gao X M, Zhang M, et al. Research on the delayed protecting function of salvianolic acid B pretreatment cardiac microvessel endothelial cell [J]. *Tianjin J Tradit Chin Med* (天津中医), 2002, 19 (1): 41.
- [2] Sun L S, Wu H Y, Xu J P, et al. Effect of salvianolic acid B on hemorheological properties in rabbits [J]. *J Microcirc* (微循环学杂志), 2003, 13 (1): 19-20.

西洋参饮片的质量标准研究

于 敏, 弥 宏, 焦连庆, 吕清远

(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

中药材是中医治病的基本物质,大部分中药材需炮制后使用。目前市场上中药饮片的质量参差不齐,直接影响人们的用药安全和中药制剂的质量,所以中药饮片炮制工艺、质量标准规范研究势在必行。为了更好地控制西洋参饮片的质量,本实验开展了西洋参饮片炮制加工规范化及其质量标准研究。

1 仪器与试剂

UV-1600型紫外光谱仪,北京瑞利公司;LC-10ATvp高效液相色谱仪,日本岛津;BP211D型电子天平,Sartorius;ZF-2型三用紫外灯,上海安亭仪

器厂。人参皂苷Rb₁、Rc、Rf、Re、Rg₁、拟人参皂苷F₁₁对照品购自中国药品生物制品检定所。硅胶G,青岛海洋化工股份有限公司;其他试剂为色谱纯或分析纯。西洋参饮片由吉林省西洋参集团公司提供。

2 方法与结果

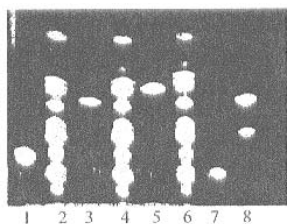
2.1 TLC鉴别:供试品溶液的制备方法同《中国药典》2000年版一部西洋参项下方法。另取人参皂苷Rb₁、Rc、Rf、Re、Rg₁、拟人参皂苷F₁₁对照品,加甲醇制成2mg/mL的溶液,作为对照品溶液。吸取上述6种溶液各2μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,

收稿日期:2005-01-09

基金项目:国家科技部中药饮片规范化研究课题

作者简介:于 敏(1969—),女,吉林省长春市人,主管药师,从事天然药物研究与开发。Tel: (0431) 6816837

以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10) 5~10℃放置12 h的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰。分别置日光及紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与人参皂苷Rb₁、Rc、Re、Rg₁、拟人参皂苷F₁₁对照品色谱相应的位置上,分别显相同颜色的斑点或荧光斑点,而在人参皂苷Rf对照品色谱相应的位置上,则不应有对应斑点。见图1。



1-人参皂苷 Rc 3-人参皂苷 Rf 5-拟人参皂苷 F₁₁
7-人参皂苷 Rb₁ 8-人参皂苷 Rg₁、Re 2,4,6-西洋参
1-ginsenoside Rc 3-ginsenoside Rf 5-pseudo ginsenoside F₁₁
7-ginsenoside Rb₁ 8-ginsenoside Rg₁、Re 2,4,6-*Radix Panacis Quinquefolii*

图1 薄层色谱图

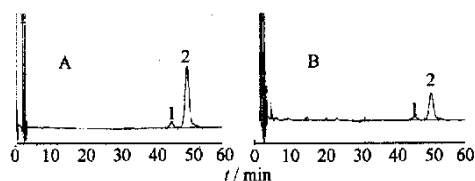
Fig. 1 TLC chromatograms

2.2 人参皂苷Rg₁、Re的HPLC测定

2.2.1 对照品溶液的制备:精密称取人参皂苷Rg₁ 4 mg、人参皂苷Re 20 mg,加甲醇制成含人参皂苷Rg₁ 0.08 mg/mL、人参皂苷Re 0.4 mg/mL溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备:同《中国药典》2000版一部西洋参测定项下方法。

2.2.3 色谱条件:Diamonsil C₁₈色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),检测波长为203 nm,柱温40℃,乙腈-0.05%磷酸溶液(20:80)为流动相,体积流量为1.0 mL/min。色谱图见图2。



1-人参皂苷 Rg₁ 2-人参皂苷 Re
1-ginsenoside Rg₁ 2-ginsenoside Re

图2 对照品(A)和西洋参(B)的HPLC图

Fig. 2 HPLC chromatograms of reference substance

(A) and *Radix Panacis Quinquefolii* (B)

2.2.4 线性关系考察:分别精密吸取对照品溶液2.5、5.0、10.0、15.0、20.0 μL,进样。以进样量为横坐标,面积积分值为纵坐标,进行线性回归。人参皂苷Rg₁回归方程: $Y = -6564.979 + 205598.912$

X , $r = 0.9990$,人参皂苷Rg₁在0.21~1.68 μg与峰面积呈良好的线性关系。人参皂苷Re回归方程: $Y = 18554.03 + 135224.99X$, $r = 0.9994$,人参皂苷Re在1.005~8.04 μg与峰面积呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验:精密吸取对照品溶液,进样10 μL,重复测定5次,人参皂苷Rg₁、Re峰面积值的RSD分别为1.56%、1.34%。

2.2.6 稳定性试验:取同一供试品溶液,分别于0、2、4、6、24 h测定,结果人参皂苷Rg₁、Re峰面积值的RSD分别为1.58%、2.06%,表明供试品溶液在24 h内稳定。

2.2.7 重现性试验:取同一批样品5份,制备供试品溶液,测定,结果人参皂苷Rg₁、Re的质量分数的RSD分别为1.93%、2.83%。

2.2.8 回收率试验:取西洋参饮片(批号:20020101,含人参皂苷Rg₁ 0.103%,含人参皂苷Re 0.805%)粉末0.25 g,精密称定,置250 mL圆底烧瓶中,分别加入人参皂苷Rg₁、Re对照品0.312、2.05 mg,制备回收率试验供试品溶液,测定,计算回收率。结果人参皂苷Rg₁的平均回收率为97.18%,RSD为1.82% ($n=5$),人参皂苷Re的平均回收率为99.22%,RSD为1.61% ($n=5$)。

2.2.9 样品测定:分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液各10 μL,进样,测定,5批西洋参饮片样品中人参皂苷Rg₁测定结果分别为0.111%、0.118%、0.109%、0.106%、0.126% ($n=3$);人参皂苷Re测定结果分别为1.057%、1.050%、0.805%、0.959%、0.998% ($n=3$)。

3 讨论

3.1 西洋参、人参同属于五加科植物,化学成分相似。《中国药典》2000年版一部西洋参鉴别项下以人参皂苷Rb₁、Re、Rg₁、拟人参皂苷F₁₁及西洋参对照药材及人参对照药材为对照品进行鉴别,需要进行2次薄层色谱分离,操作烦琐。西洋参、人参化学成分上的主要区别是西洋参中含有拟人参皂苷F₁₁,人参中不含有;人参中含有人参皂苷Rf,而西洋参中不含有,故在西洋参饮片鉴别试验中增加人参皂苷Rf、Rc对照品,以增加鉴别试验的准确性及专属性,且操作简便。

3.2 《中国药典》2000年一部西洋参项下,对人参皂苷Rb₁进行了测定,为了更好地控制西洋参质量,本实验对西洋参中人参皂苷Rg₁、Re进行测定,并进行了方法学考察。在进行提取及纯化方法选择

实验时,曾采用《中国药典》2000年版一部人参测定项下的方法,但其人参皂苷 R_{g_1} 、 R_e 提取率较本法低,故未采用。本实验所用西洋参中人参皂苷 R_e 的

量很高,约占1%左右,人参皂苷 R_{g_1} 的量为0.1%左右,两者之和远大于《中国药典》2000年版一部人参中人参皂苷 R_{g_1} 、 R_e 之和0.25%的限度。

醋延胡索炮制工艺的研究

马家骅¹, 杨明¹, 许润春¹, 贺福元^{1,2}, 谭承佳¹

(1. 成都中医药大学, 四川 成都 611731; 2. 湖南中医学院, 湖南 长沙 410004)

延胡索为罂粟科植物延胡索 *Corydalis yanhusuo* W. T. Wang 的干燥块茎, 味辛、苦、温, 归肝脾经, 活血、利气、止痛, 用于胸痛、脘腹疼痛、经闭痛经、产后瘀阻、跌打肿痛。延胡索含多种生物碱。药理实验证明, 延胡索总生物碱、延胡索甲素、乙素、丑素均有较强的镇痛作用, 尤以乙素镇痛作用最强。但游离生物碱难溶于水, 经醋炙后, 其生物碱与醋酸结合成易溶于水的醋酸盐, 煎煮时易于溶出, 从而更好的发挥药效。这也与传统认为醋制入肝经, 增强其疏肝止痛作用相吻合, 故处方多用醋制品。但其炮制方法与工艺在全国各地有较大不同, 不利于饮片质量的控制。因此, 本实验就醋延胡索的炮制工艺及条件进行了研究, 以便规范醋延胡索饮片的炮制工艺。

1 仪器与试药

LC-10ATvp 型高效液相色谱仪(日本岛津); FA1104 型电子天平(上海精科); 延胡索乙素由中国药品生物制品检定所提供(批号 0726-200208); 延胡索药材购自成都五块石药市; 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 醋制方法的研究: 各地现行的延胡索醋制方法主要有: 醋炙、醋煮、醋蒸、醋浸后烘干。对这4种常用的醋制方法进行了对比研究, 即每100g延胡索加20g醋拌匀、闷润, 或炙、或蒸、或烘干、或加一定量水一起煮至“药透水尽”。由于延胡索所含主要成分为生物碱, 其有一定的临床作用, 易溶于氯仿, 故以氯仿浸出物作为评价指标之一, 又因延胡索乙素为镇痛的主要药效成分, 故将延胡索乙素作为另一评价指标, 以确定最佳的醋制方法。

2.1.1 色谱条件^[1]: 色谱柱为 Diamonsil™ C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.1%磷酸溶

液(用三乙胺调节 pH 值为 6.2) (65:35), 体积流量为 1 mL/min, 检测波长为 280 nm, 进样量为 10 μL, 结果见图 1。

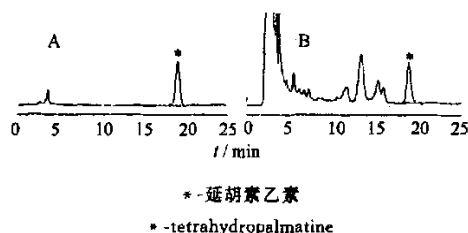


图1 延胡索乙素对照品(A)和延胡索醋炙品(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of tetrahydropalmatine reference substance (A) and *Rhizoma Corydalis* fried by vinegar (B)

2.1.2 对照品溶液的制备: 精密称取延胡索乙素对照品适量, 加甲醇溶解制成 0.20 mg/mL 溶液, 即得。

2.1.3 供试品溶液的制备: 称取醋延胡索饮片粉末(过二号筛) 2 g (同时另取本品粉末测定水分), 精密称定, 置 100 mL 锥形瓶中, 加入甲醇 20 mL, 水浴回流提取 0.5 h, 残渣用适量相应溶剂洗涤, 滤过, 滤液水浴上挥干后, 用甲醇-水(65:35)定容至 5 mL, 即得。

2.1.4 线性关系考察: 分别精密吸取延胡索乙素对照品溶液 6、8、10、12、14 μL, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积(Y)为纵坐标, 进样量(X)为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 945\,734 X + 4\,552$, $r = 0.999\,3$ 。结果表明, 在上述色谱条件下, 延胡索乙素在 1.2~2.8 μg 时, 样品进样量与峰面积线性关系良好。

2.1.5 醋制方法的考察: 醋炙法: 取净延胡索薄片, 加 20% 食用醋, 拌匀、闷润至醋吸尽, 文火炒干, 取

收稿日期: 2005-01-20

作者简介: 马家骅(1979—), 男, 甘肃靖远县人, 在读硕士生, 主要从事中药新制剂、新剂型的研究与开发工作。Tel: (028) 87825696

E-mail: jiahuama@163.com