

比色法测定丹参及提取物水溶性总酚的改进

王文祥,周巧霞,蒋木岗,顾振纶⁽²⁰⁾

(苏州中药研究所,江苏 苏州 215007)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)08-0711-02

丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的干燥根及根茎,其化学成分研究表明:水溶性成分在治疗冠心病等活性成分^[1]。其有效成分丹参素、丹酚酸以及原儿茶醛等为邻二酚羟基化合物,比色法测定^[2,3],以原儿茶醛为对照品,采用三氯化铁-铁氰化钾显色,但干扰因素较多,方法难以掌握。根据丹参水溶性总酚均有邻二酚羟基的特点,我们改用 NaNO_2 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 络合显色,并对丹参生药及水溶性总酚提取物进行测定方法研究。

1 仪器、试剂与试剂

UV-240型分光光度仪;原儿茶醛(中国药品生物制品检定所);试剂均为化学试剂。

2 标准曲线的绘制

2.1 原儿茶醛标准液:精密称取原儿茶醛 4.5 mg,加水溶解并稀释至 50 mL ($90 \mu\text{g/mL}$),作为对照品溶液。

2.2 标准曲线:精密吸取原儿茶醛对照品液 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 mL,加水至 2 mL,分别加 0.5% NaNO_2 5.0 mL 放置 5 min,加入 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 0.5 mL,放置 5 min,加入 1 mol/L NaOH 液 5.0 mL,放置 10 min 后,以显色剂为空白,在 500 nm 处测得吸光值。以吸光值为纵坐标,浓度为横坐标,方程为 $Y = 0.008006X + 0.0019$, $r = 0.999032$ 。结果表明:原儿茶醛浓度在 18~ $90 \mu\text{g/mL}$ 之间有良好的线性关系。

3 生药的测定

经过多次实验,并参考有关文献^[2]建立了丹参生药水溶性总酚的测定方法。

3.1 方法:精密称取丹参粉末(40目)1 g,置 100 mL 容量瓶中,加 2% 盐酸水溶液约 70 mL,浸泡 15 h,加酸水补足量,振摇 10 min,经干燥滤纸过滤,弃去初滤液,精密量取续滤液 20 mL,置分液漏斗中,加 NaCl 1.5 g,乙酸乙酯萃取 3 次,每次 20 mL,

水浴蒸干,残留物以无水乙醇溶解并定量转移到 50 mL 容量瓶中,再用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,经干燥滤纸过滤,弃去初滤液,精密量取续滤液 1 mL 按本法测定吸光度,计算生药水溶性总酚的含量。

3.2 丹参样品测定:用上法对国内不同产地野生丹参进行测定,结果见表 1。

表 1 丹参水溶性成分测定结果 (%)

产地	野生丹参		总酚提取物
	水溶性总酚含量 (以原儿茶醛计)	批号	水溶性总酚含量 (以原儿茶醛计)
陕西商路	1.39	1	83.6
山西太行山	1.48	2	86.8
河南伏牛山	1.66	3	88.5
河南洛阳	2.69	5	87.1

3.3 加样回收试验:取丹参粉末 1 g 量,分别加入原儿茶醛 25 mg,按上述方法各进行 5 次回收试验,其回收率为 96.58%, RSD 为 1.56%。

4 水溶性总酚提取物的测定

4.1 水溶性总酚提取方法:丹参粗粉水热提,浓缩水提液,加 5% 明胶沉淀鞣质,用 70% 乙醇沉淀多余的明胶,回收乙醇后用乙酸乙酯萃取,萃取物经回收后精制得水溶性总酚提取物。

4.2 回收率试验:精密称取同一批号丹参水溶性总酚约 5 mg (含量 86.6%) 5 份,分别置 200 mL 容量瓶中,各加原儿茶醛溶液 10 mL (0.47 mg/mL),加水溶解后稀释至刻度。按上述方法进行 5 次回收试验,结果:平均回收率为 100.2%, RSD 为 0.57%。

4.3 总酚提取物测定:精密称定不同批号总酚约 5 mg (含量 86.8%) 5 份,分别置 200 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,分别取 2 mL,按标准曲线方法测定。结果见表 1。

5 讨论

5.1 丹参水溶性总酚有效成分均为邻二酚羟基结构,采用本法测定可减少其他非邻二酚羟基杂质的

(20) 收稿日期: 2000-12-26

作者简介:王文祥(1963-),男,安徽省青阳县人,1997年获医学硕士学位,1999年开始攻读博士学位,现为苏州大学药理学系讲师。主要研究方向:中药、心血管药物的开发。

干扰,结果准确

5.2 NaNO_2 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 显色丹参水溶性总酚,为粉红色,测定吸光值稳定,显色液放置 24 h 无沉淀析出,扫描发现在 500 nm 处空白显色无吸收。

参考文献:

- [1] 凌海燕,鲁学照,赵咏丽,等.丹参水溶性成分的研究概况[J].天然产物研究与开发,1999,11(1): 75-80.
- [2] 刘瑞玲,李维嘉.丹参及其注射液中水溶性总酚的测定[J].药物分析杂志,1983,3(3): 163-165.
- [3] 李敏,王胜春,王晓鹃,等.五灵丸中丹参总酚性成分含量测定[J].中成药,1990,13(1): 12-13.

改进中药材的浸泡、润软化处理提高中药饮片质量

芦柏震,何晓波,章红燕
(浙江省肿瘤医院,浙江 杭州 310022)

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)08-0712-01

中药材在饮片切制前,用水进行浸泡、润软化处理,是中药传统加工炮制中的一个重要内容。目前的软化处理操作,存在着许多弊端,特别是药材有效成分流失太多。现结合我们在实践中的体会,就改进方法介绍如下:

1 冷压浸渍法

将药物放入特制的密闭容器内,放入药物量约为容器的 2/3,注满冷水,严密封口,将管口接入冷压机,加冷压 490~2 900 kPa,保持一定时间,降压,取出药物切片。这种方法能使水迅速进入组织细胞内,使药物软化,不致使有效成分水解,提高了饮片质量,但有效成分仍有一定流失。

2 减压冷浸法

(1)先减压后加水法:将药材放进钢减压浸泡罐,先抽气减压至 266 Pa 时,抽气加水,然后恢复常压。此法适用于质地坚硬、粗大的药材,经上述减压浸泡约 5 min 即可达到吃水标准。

(2)先加水后减压法:药材放入钢减压浸罐,加水后抽气减压至所需压力,立即恢复常压并放掉水。此法适用于质地疏松、细小的药材,约 1 min 即可达到所需的吃水量。此法与传统浸泡、润方法比较,效果好,质量高,有一定的适应范围。

3 产地趁鲜切制饮片

趁鲜切制:避免或减少了有效成分的水解、酶

解,避免了在软化处理中药材的发霉变质。但产地加工对富含糖分、粘液质类药材不适宜。

4 “火润法”

适用于淮牛膝、续断、党参等药材,在切制前作软化处理。方法是将药材均匀地摊置于炭火上或电热箱、烘房内的网架中,用 70℃(±5℃)温度烘烤 3~5 min,立即进行切制。在南方湿度较大的梅雨季节尤其适合。

5 减压蒸气润药法

将药材放入密闭容器内,先减压抽真空,在负压情况下,导入饱和蒸气。这样可以减少药汁流失,避免霉变现象,加之饱和蒸气作用,杀酶效果较好,还能杀死药材中虫卵、螨虫和其他一些微生物,并为饮片加工实现生产流水线提供了条件。

6 粗颗粒代替饮片

延胡索、槟榔、黄连、香附、浙贝母、三叶青等药材,采取经干燥直接打碎成粗颗粒入汤剂(制剂)方式。由于粗颗粒增加了以水为溶媒的汤剂接触面,有利药物有效成分溶出。

7 讨论

浸泡、润水处理的工艺是比较单纯的,其作用原理也是清楚的,就是软化药材,便于切制。通过对软化方法不断摸索和创新,实现机械化生产,从而建立统一的加工炮制工艺和质量控制标准。

收稿日期: 2000-12-25

欢迎订阅 2002年《中草药》杂志