

药典规定制何首乌饮片为厚1 cm的块片,为何首乌饮片经浸润后再切制,干燥,采用辅料炮制而成。在浸润加工中,稍不注意就会引起水溶性成分的流失。另外,从新鲜药材到炮制饮片的形状,需要经过两次干燥过程。试验结果显示,间接切制片比直接切制片中二苯乙烯苷含量有所降低,蒽醌类含量无明显差异。设想如果采用在产地将新鲜药材直接切制成何首乌饮片的形状,既可以简化操作程序,降低成本,又可以避免水溶性成分的流失。

药典中何首乌饮片的加工采用“干燥”的方法,是指在干燥的过程中不需控制温度,采用烘干、晒干与阴干均可以。何首乌中的二苯乙烯苷成分对湿热不稳定。本试验结果也显示,新鲜何首乌药材即使经

低温(低于50℃)烘干38 h后,比阴干法的二苯乙烯苷含量也稍有降低。因此,应注意何首乌饮片的干燥方法。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed Vol I.
- [2] Guo Q, Lu J. Determination of content of anthraquinones in *Radix Polygoni multiflori* and processed *Radix Polygoni multiflori* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2000, 20(5): 326-328.
- [3] Liu ZL, Song ZQ. Determination of content and stability of 2, 3, 5, 4'-stilbene glucoside in processed *Radix Polygoni multiflori* from different areas [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2002, 24(9): 684-685.
- [4] Xu KJ, Xu YG, Hu GJ, et al. The solid stability of Fufang Kang Shuai Ling [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1989, 20(5): 9-13.

牛蒡子不同炮制品中牛蒡苷含量的 HPLC 测定

张 涛*

(梧州市药品检验所, 广西 梧州 543002)

牛蒡子为菊科植物牛蒡 *Atractium lappa* L. 的干燥成熟果实。其性辛苦、寒, 归肺、胃经。具有疏散风热, 宣肺透疹, 解毒利咽等功效。中医临床应用有生品与炮制品之分。牛蒡子传统炮制方法有单炒、酒炒、酒蒸法等, 现代以清炒为主。牛蒡苷是牛蒡子的主要有效成分, 具有抗肿瘤、抗菌、抗病毒作用及扩张血管、子宫和肠管的作用^[1]。本实验采用 HPLC 法测定牛蒡子生品及不同炮制品中牛蒡苷的含量变化, 以探讨其炮制机制, 为完善牛蒡子的炮制工艺提供了参考依据。

1 材料及仪器

牛蒡子购于梧州市医药有限责任公司, 经本所饶伟文主任中药师鉴定为菊科植物牛蒡 *Atractium lappa* L. 的干燥成熟果实。牛蒡苷对照品(819-9401)由中国药品生物制品检定所提供。其余所用试剂均为分析纯。岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪, Sartorius Sp211D 电子天平, CQX25-06 超声波清洗器。

2 牛蒡子生品及各炮制品的制备

2.1 生品: 取牛蒡子洗净, 50℃干燥1 h, 取出。

2.2 微炒品: 取生品150 g, 用文火微炒至微鼓起,

有少量爆裂声, 略有香气, 取出放凉。

2.3 炒黄品: 取生品150 g, 用文火炒至鼓起, 有爆裂声, 微黄至黄色, 有香气, 取出放凉。

2.4 炒焦品: 取生品150 g, 在120℃热锅内炒或用文火炒至微焦, 取出放凉。

2.5 酒炒品: 取生品150 g, 加酒15 mL 拌匀闷透, 置于锅中, 用文火炒至药材表面干, 50℃干燥1 h, 取出凉干。

2.6 酒蒸品: 取生品150 g, 加酒15 mL 拌匀闷透, 置锅中隔水蒸约15 min, 50℃干燥1 h, 取出凉干。

3 牛蒡苷的含量测定^[2]

3.1 色谱条件: 色谱柱: Bondapak C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(1:1.1); 流速: 1.3 mL/min; 检测波长: 280 nm。牛蒡苷色谱峰保留时间约为6.98 min, 理论板数应大于2500。

3.2 对照品溶液的制备: 精密称取牛蒡苷对照品5.15 mg, 置10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 备用。

3.3 供试品溶液的制备: 精密称取生品及炮制品粉末(过三号筛)约0.5 g, 置50 mL 量瓶中, 加甲醇约45 mL, 超声处理20 min, 加甲醇至刻度, 滤过, 备用。

* 收稿日期: 2003-06-24

作者简介: 张 涛(1962—), 女, 广西玉林人, 副主任药师, 1983年广西中医学院中药专业毕业, 主要从事药品监督、中药检验工作, 已发表论文10余篇。Tel: (0774) 3839787

3.4 线性关系考察:精密量取牛蒡苷对照品溶液 5 mL 于 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。分别精密吸取 3, 5, 10, 15, 20 μL , 测定峰面积。将峰面积对应牛蒡苷含量进行回归,得方程: $Y = 7.898 X - 5.463$, $r = 0.9997$, 牛蒡苷在 20~ 150 $\mu\text{g/mL}$ 与峰面积线性关系良好。

3.5 精密度试验:精密吸取牛蒡苷对照品溶液 10 μL , 重复进样 5 次, 测定峰面积, 计算其 RSD = 0.28%。

3.6 重现性试验:取酒蒸品的样品 5 份, 制成供试品溶液, 依法平行进样测定 5 次, 结果牛蒡苷含量 RSD = 0.86% ($n = 5$)。

3.7 稳定性试验:取微炒品的供试品溶液, 在 0, 1, 2, 4, 6, 8 h 分别进样 10 μL , 记录牛蒡苷峰面积, 结果其 RSD 为 1.03%。可见供试品溶液在 8 h 内稳定。

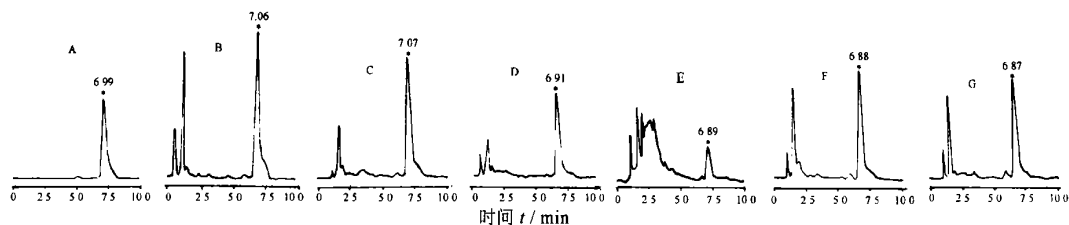
3.8 加样回收率试验:精密吸取已知含量的供试品溶液 10 mL, 加入牛蒡苷对照品 4 mg, 按样品测定的方法进行分析, 结果平均回收率为 99.42%, RSD 为 0.82%。

3.9 样品测定:分别取对照品溶液与供试品溶液进样, 按外标法进行测定, 结果见表 1, 色谱图见图 1。

表 1 牛蒡子不同炮制品中牛蒡苷的含量测定结果 ($n = 5$)

Table 1 Determination of arctiin in different processed products of Fructus Arctii ($n = 5$)

样品	牛蒡苷含量/%	RSD/%
生品	9.96	1.42
微炒品	8.53	1.33
炒黄品	5.40	0.92
炒焦品	0.51	1.26
酒炒品	8.78	0.24
酒蒸品	8.29	0.86



* -牛蒡苷 A-牛蒡苷对照品 B-生品 C-微炒品 D-炒黄品 E-炒焦品 F-酒炒品 G-酒蒸品
* -arctiin A-arctiin reference substance B-crude drug C-little fried drug D-boiled drug
E-burnt drug F-fried drug with alcohol G-drug with evaporated alcohol

图 1 牛蒡苷对照品和牛蒡子不同炮制品 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC chromatograms of arctiin reference substance and different processed products in Fructus Arctii

4 讨论

4.1 提取时间的选择:取微炒品按供试品溶液制备方法处理, 提取时间分别从 10~ 30 min 超声处理, 结果超声处理 20 min 后, 即可将样品中的牛蒡苷提取完全。

4.2 牛蒡子辛苦而寒, 主要有透发与清泄两种功效, 清泄的作用较显著。而透发的力量较弱^[3]。牛蒡子的炮制目的, 主要是通过加热与辅料的作用而缓和寒滑之性, 并利于成分煎出。实验结果表明, 不同炮制品中牛蒡苷的含量变化依次为生品> 酒炒品> 微炒品> 酒蒸品> 炒黄品> 炒焦品, 说明在炮制过程中的受热影响, 尤其是清炒中的直接加热使牛蒡苷受到不同程度的破坏。从目前的研究情况看, 牛蒡苷可能是牛蒡子起寒凉作用的主要有效成分, 通过炮制, 降低其含量, 缓和药性, 从而突出其他方面的作用, 应具一定的科学道理。但由于炮制温度与时间对牛蒡苷含量影响很大, 如何掌握炮制的程度很重要。

4.3 中医理论认为酒制能升提, 通经活络, 加强药

效。而牛蒡苷可溶于乙醇, 古代文献的酒炒、酒蒸品符合中医原理, 既可增强牛蒡子的透发升提功能, 又可缓和药性。从本实验结果看, 酒炒、酒蒸品更容易把握炮制的程度, 有效成分的破坏也不是很严重, 我们认为是更合理的方法。

4.4 上述分析结果表明, 中医临床要求把不同的牛蒡子炮制品应用于不同疾病及治疗对象有一定的科学道理。《中华人民共和国药典》2000 年版目前仅收载生品及清炒品两种, 建议进一步对其进行化学、药理研究, 深入阐明炮制原理, 制定合理的炮制工艺, 增收炮制规格, 以更好地发挥中医药特色。

References

- [1] Zheng H Z, Dong Z H, She J, et al. Modern Study of Traditional Chinese Medicine (中药现代研究与应用) [M]. Beijing: Xueyuan Press, 1997.
- [2] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed Vol I.
- [3] The Teaching and Research Group of TCM Formula, Shanghai College of Traditional Chinese Medicine. The Clinical Handbook of Traditional Chinese Medicine (中药临床手册) [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1998.