

[9] Zhang H F, Li B C, Fan J H. Determination of sulfate radical content in sulfated polysaccharides (SPS) by gravimetric analysis of hydrochloric acid hydrolysis and barium sulfate precipitation [J]. *Food Sci* (食品科学), 2002, 23(5): 107-111.

[10] Zhang W J. *Biochemical Technology of Study on Carbohydrate Complex* (糖复合物生化研究技术) [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1994.

[11] Li S G. *Practical Biostatistics* (实用生物统计) [M]. Beijing: Peking University Press, 2002.

不同炮制方法对泽泻中泽泻醇 B23-乙酸酯的影响

段 启¹, 王少军², 龚千锋¹, 杨世林², 曹 君¹, 李创军^{1*}
(1. 江西中医学院, 江西 南昌 330006; 2. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330077)

摘 要:目的 探讨不同炮制方法对泽泻中泽泻醇 B23-乙酸酯的影响。方法 采用 RP-HPLC 法。反相 Hypersil ODS C₁₈ 柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm), 以乙腈-水(70:30)为流动相, 检测波长为 208 nm。结果 樟帮麸炒法的质量分数为 0.156 5%, 生品为 0.155%, 而其他炮制品质量分数均低于生品。结论 不同炮制方法、辅料对泽泻各炮制品中泽泻醇 B23-乙酸酯含量有一定的影响。
关键词: 泽泻; 泽泻醇 B23-乙酸酯; 炮制; 高效液相色谱
中图分类号: R284.1; R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2005)01-0046-03

Effects of different processings on alisol B23-acetate in *Alisma orientale*
DUAN Qi¹, WANG Shao-jun², GONG Qian-feng¹, YANG Shi-lin², CAO Jun¹, LI Chuang-jun¹
(1. Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330006, China; 2. National Pharmaceutical Engineering Center for Solid Preparation in Chinese Herbal Medicine, Nanchang 330077, China)

Abstract: **Objective** To investigate the effects of different processing methods on alisol B23-acetate in *Alisma orientale*. **Methods** The contents of alisol B23-acetate were determined by RP-HPLC. Chromatographic conditions included Hypersil C₁₈ column, mobile phase: acetonitrile-water (70:30), detecting wavelength: 208 nm. **Results** The content of alisol B23-acetate in processing sample stir-baked with bran by the method of Zhangbang was 0.156 5%, the crude sample was 0.155%, and the content of alisol B23-acetate in other processing samples was less than the crude sample. **Conclusion** Different processing methods and ajuvants show a certain influence on the contents of alisol B23-acetate in its different processed products.

Key words: *Alisma orientale* (Sam.) Juzep; alisol B23-acetate; processing; HPLC

泽泻为泽泻科植物泽泻 *Alisma orientale* (Sam.) Juzep. 的干燥块茎, 味甘、性寒, 归肾、膀胱经, 具有利小便、清湿热的功能, 主要用于小便不利、水肿胀满、泄泻尿少、痰饮眩晕、热淋涩痛、高血脂等。泽泻经盐炙后可引药下行, 并能增强泻热作用, 利尿而不伤阴。经麸炒后寒性稍缓, 长于渗湿和脾, 降浊以升清, 且泽泻醇 B23-乙酸酯在各主产区的泽泻中质量分数较高^[1], 故以之作为控制泽泻质量的指标性成分。近年来泽泻的研究多限于化学成分及药理研究, 其炮制工艺研究则较少。本实验采用《中华人民共和国药典》盐炙法、建昌帮盐炙法、樟帮盐炙法、酒炒法、烘法、清炒法、樟帮麸炒法、盐麸法对泽泻进行炮制, 测定其炮制品中泽泻醇 B23-乙酸酯

的质量分数, 以期探讨泽泻不同炮制品中有效成分变化的规律, 完善泽泻饮片质量标准提供参考。

1 仪器与材料
Agilent 1100 高效液相色谱仪, Agilent 1100 色谱工作站。METTLER AE 240 电子天平, KQ318T 型超声波清洗仪。泽泻 *A. orientale* (Sam.) Juzep. 干燥块茎, 于 2003 年 2 月采收于江西广昌, 经本校鉴定教研室鉴定。泽泻醇 B23-乙酸酯为本课题组自制, 经色谱分析纯度大于 98%。乙腈、甲醇为色谱纯, 丙酮、醋酸乙酯为分析纯。
2 样品的制备
2.1 药典盐炙法泽泻: 先将食盐加适量的水溶解后, 滤过备用。取泽泻片, 加盐水拌匀, 闷透, 置锅内,

* 收稿日期: 2004-04-26

以文火炒至规定程度时,取出,放凉。即得(每 100 kg 泽泻片用食盐 2 kg)。

2.2 建昌帮法盐炙泽泻:取泽泻片置容器内,用定量的食盐和沸水制作食盐水,均匀喷洒于泽泻内,湿布遮盖闷润 4~6 h,中途经常翻动,以吸尽盐水为度,取出晒全干。取定量的预制蜜麸撒入平锅底,并向四周铺开。立即倒入泽泻,用四周蜜麸遮盖约 30 s,再快速翻炒 1~2 min,以色转微黄时,立即取出,筛去麸皮及灰屑,入容器内密闭转金黄色即得(每 100 kg 泽泻片用食盐 2 kg,掺沸水 6 kg,每次入锅内,泽泻片与蜜麸的质量比为 100:30)。

2.3 樟帮法盐炙泽泻:取泽泻片,用盐水拌匀,润过夜置锅内,用微火炒至表面呈黄色,取出放凉即得(每 100 kg 泽泻片用食盐 2 kg,用 6 kg 水加热溶化)。

2.4 酒炒泽泻:取泽泻片,加酒拌匀,闷透,置锅内,以文火炒至规定程度时,取出,放凉。即得(每 100 kg 泽泻片用黄酒 10 kg)。

2.5 烘法制泽泻:把泽泻生饮片以盐水闷润过夜,然后在烘箱中 60℃干燥 1 h,取出,筛去碎末,放凉,即得(每 100 kg 泽泻片用食盐 2 kg)。

2.6 清炒泽泻(焦):把泽泻生饮片投入加热至 160℃的炒药锅中,翻炒 6 min,取出,筛去碎末,放凉,即得。

2.7 樟帮麸炒泽泻:先将锅炒热,撒入麦麸,待冒烟时,加入泽泻生饮片,不断翻动,炒至药物表面呈金黄色,取出,筛去麦麸,放凉,即得(每 100 kg 泽泻片用麦麸 2 kg)。

2.8 盐麸泽泻:把泽泻生饮片以盐水闷润过夜,干燥,将锅炒热,撒入麦麸,待冒烟时,加入泽泻生饮片,不断翻动,炒至药物表面呈金黄色,取出,筛去麦麸,放凉,即得^[2]。

2.9 生饮片:取原药材,除去杂质,大小分开,稍浸,洗净,润透,切厚片,干燥。筛去碎屑^[3]。

3 方法与结果

3.1 色谱条件:色谱柱为 Hypersil ODS C₁₈柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-水(70:30),体积流量为 0.8 mL/min,检测波长为 208 nm,温度为 25℃。理论塔板数按泽泻醇 B23-乙酸盐计,应不低于 3 000。

3.2 对照品溶液的制备:精密称取泽泻醇 B23-乙酸盐 2.58 mg 于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得质量浓度为 0.258 mg/mL 的对照品溶液。

3.3 供试品溶液的制备:精密称取泽泻生饮片或炮

制品粉末约 0.5 g,置 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,称定质量。超声提取 30 min,功率为 220 W,补足质量,用 0.45 μm 滤膜滤过,取续滤液备用。

3.4 标准曲线的绘制:分别精密吸取对照品溶液 0.10、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,分别进样 3 次,各 20 μL,以峰面积对对照品质量浓度(mg/mL)做回归,求得回归方程 $Y=21\,536 X+3.675$, $r=1.000$ 。结果表明泽泻醇 B23-乙酸盐质量浓度与峰面积值呈良好的线性关系,线性范围为 0.05~2.51 μg。

3.5 精密度试验:精密吸取泽泻醇 B23-乙酸盐对照品溶液 20 μL,重复进样 7 次,测定泽泻醇 B23-乙酸盐的峰面积,计算得其 RSD 为 1.3%。

3.6 重现性试验:精密称取泽泻生饮片粉末约 0.5 g,共 6 份,按供试品溶液制备法制备,各吸取 20 μL 进样测定泽泻醇 B23-乙酸盐峰面积, RSD 为 0.7%。

3.7 稳定性试验:取泽泻生饮片溶液分别于 1、2、4、8、12、24 h 各进样 20 μL,以泽泻醇 B23-乙酸盐的峰面积计算,其 RSD=2.12%,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

3.8 回收率试验:采用加样回收法。精密称取已测含量的泽泻生饮片粉末 0.3 g,加入相当泽泻生饮片中泽泻醇 B23-乙酸盐质量 100%的对照品,制备供试品溶液,测定。结果平均回收率为 100.1%, RSD 为 1.45% ($n=6$)。

3.9 样品的测定:按上述测定方法测定各种炮制品中泽泻醇 B23-乙酸盐的含量,结果见表 1 和图 1。

表 1 泽泻不同炮制品中泽泻醇 B23-乙酸盐的含量 ($n=3$)

Table 1 Content of alisol B23-acetate in <i>A. orientale</i> by different processings ($n=3$)	
炮制品	泽泻醇 B23-乙酸盐 / %
药典法盐炙泽泻	0.133 8
建昌帮法盐炙泽泻	0.129 1
樟帮法盐炙泽泻	0.142 5
酒炒泽泻	0.138 8
烘法制泽泻	0.146 5
清炒泽泻法(焦)	0.137 0
樟帮麸炒泽泻	0.156 5
盐麸泽泻	0.140 8
泽泻生饮片	0.155 0

4 讨论

4.1 结果表明不同泽泻炮制品中泽泻醇 B23-乙酸盐的质量分数差别较大,其中樟帮麸炒法质量分数较高,清炒法(焦)质量分数较低,原因可能是清炒法中温度过高导致泽泻醇 B23-乙酸盐的质量分数下

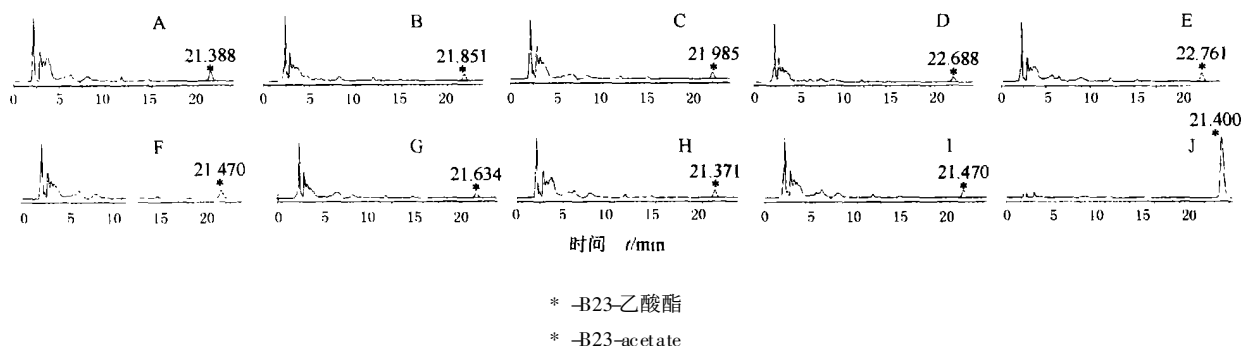


图 1 清炒法(A)、烘法(B)、酒炒法(C)、药典盐炙法(D)、樟帮盐炙法(E)、建昌帮盐炙法(F)、盐麸法(G)、樟帮盐炙法(H)、生饮片(I)样品和泽泻醇 B23-乙酸酯对照品(J)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of samples with methods of parched (A), toasted (B), wine-baked (C), salt solution-baked of *Ch P* (D), salt solution-baked of Zhangbang (E), salt solutionbaked-of Jianchangbang (F), salt solution-bran parched (G), bran-parched of Zhangbang (H), primary processed (I), and alisol B23-acetate reference substance (J)

降,而其他用盐做辅料的炮制品,盐在药粉中占了一定比例而使原药粉的量相对减少,导致泽泻醇 B23-乙酸酯的质量分数相对下降。药理研究表明,生品与各炒制品均有一定的利尿作用,而盐泽泻几乎不见利尿作用,临床应用时为保证质量应注意炮制方法。

4.2 《中华人民共和国药典》2000 年版中没有泽泻药材的质量分数测定。采用流动相乙腈-水(60:40)时,出峰时间长,用乙腈-水(65:35)为流动相时^[4],出峰时间还是过长。用流动相乙腈-水(70:30)时,峰形良好并可达到完全分离且保留时间较短。

4.3 提取方法和提取时间不同对泽泻醇 B23-乙酸酯的提取能力也不一样。结合文献资料和常规提取方法,考察了索氏提取法、回流提取法和超声提取

法,结果表明超声提取法明显优于其他两种提取方法。考察了超声提取 30、45、60 min 的提取能力,结果三者的提取能力差异无显著性,故超声时间确定为 30 min。

References:

- [1] Peng G P, Pan L H. Study of sample of *Alisma oriental* (Sam.) Juzep [J]. *J Nanjing Univ Tradit Chin Med* (南京中医药大学学报), 2001, 17(3): 154-156.
- [2] Wang X T. *Collection of Chinese Materia Medica Processing in Past Generations* (历代中药炮制法汇典) [M]. Nanchang: Jiangxi Science and Technology Publishing House, 1989.
- [3] Gong Q F. *Chinese Materia Medica Preparation* (中药炮制学) [M]. Beijing: Chinese Traditional Chinese Medicine Publishing House, 1994.
- [4] Wen H M, Peng G P. Study the quality control standard for *Rhizoma Alismatis* [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1998, 18(6): 375-377.

石菖蒲挥发油中 β -细辛醚在兔体内的药动学研究

魏立平, 吴玫涵*

(解放军总后卫生部药品仪器检验所, 北京 100071)

摘要: 目的 研究石菖蒲挥发油中 β -细辛醚在新西兰兔体内的药动学。方法 采用气相色谱法测定 β -细辛醚的血药浓度, 并以气相色谱-质谱联用法确认 β -细辛醚。色谱柱: HP-35 毛细管气相色谱柱; 程序升温: 起始温度为 30 °C, 6 °C/min 升至 220 °C, 保持 5 min; 进样口温度: 250 °C; FID 检测器温度: 320 °C; 进样量: 2.0 μ L; 无分流进样; 溶剂: 甲醇; 载气: 氦气; 柱头压: 55 kPa; 内标物: α -萘酚。质谱条件: 电离方式: EI; 电子能量: 70 eV; 接口温度: 280 °C; 离子源温度: 200 °C; 四极杆温度: 100 °C; 质量扫描范围: 35~500 amu; 溶剂延迟: 2.0 min。结果 β -细辛醚与内标物的峰面积之比(Y)与质量浓度(C)线性关系良好, 回归方程为: $Y = 0.01889C + 1.755 \times 10^{-3}$, $r = 0.9999$ 。线性范围: 0.04~40 μ g/mL。新西兰兔全血中最低检测质量浓度为 0.04 μ g/mL。结论 新西兰兔口服石菖蒲挥发油后, β -细辛醚在体内药时过程为线性动力学过程, 符合一级吸收二室模型, $t_{1/2\alpha}$ 为 18.3 min, $t_{1/2\beta}$ 为 114.5 min。

关键词: 石菖蒲; β -细辛醚; 药动学; 气相色谱

中图分类号: R 286.02

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2005)01-0048-04