

结果总黄酮的质量分数的 RSD 为 0.78%，表明供试品溶液在 2 h 内基本无变化。

2.3.6 重现性试验：取同一金莲花提取液 5 份，制备供试品溶液，测定总黄酮的质量分数，得其 RSD 为 1.18%。

2.3.7 回收率测定：精密吸取金莲花提取液 5 份，分别置 25 mL 量瓶中，加入芦丁对照品，制备供试品溶液，进样测定，依回归方程计算，结果平均回收率为 99.89%，RSD 为 1.93%。

2.3.8 样品的测定：将金莲花提取液滤过，分别精密吸取续滤液 0.5~3 mL 于 25 mL 量瓶中，按标准曲线项下的测定方法测定吸光度值，依回归方程计算得到总黄酮的质量分数，再计算金莲花中总黄酮的收率（总黄酮的收率=提取溶液中的总黄酮的质量/提取时的药材投药量×100%）。

2.4 正交试验及其结果：按照 $L_9(3^4)$ 正交设计安排试验，结果见表 2，方差分析见表 3。

表 2 $L_9(3^4)$ 正交试验结果
Table 2 Results of $L_9(3^4)$ orthogonal test

试验号	A	B	C	D	总黄酮/%
1	1	1	1	1	5.68
2	1	2	2	2	8.03
3	1	3	3	3	8.53
4	2	1	2	3	8.15
5	2	2	3	1	9.87
6	2	3	1	2	10.23
7	3	1	3	2	6.78
8	3	2	1	3	8.76
9	3	3	2	1	9.20
k_1	7.41	6.87	8.22	8.25	
k_2	9.42	8.89	8.46	8.34	
k_3	8.25	9.32	8.39	8.48	
R	2.01	2.45	0.24	0.23	

表 3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

方差来源	离均差平方和	自由度	方差	F 值	显著性
A	6.070	2	3.305	74.41	$P<0.01$
B	10.260	2	5.130	120.71	$P<0.01$
C	0.089	2			
D	0.080	2			
误差(C+D)	0.169	4	0.042 5		

$$F_{0.01}(2,4)=18.00$$

从极差和方差分析可见，以总黄酮为评价指标，各因素对提取效果的影响程度依次为 $B>A>C>D$ 。提取次数影响最大，取 B_3 即提取 3 次，其次为乙醇体积分数 A_2 即 65% 乙醇，提取时间、乙醇倍量影响较小，选 C_2D_3 。综合分析得最佳组合为 $A_2B_3C_2D_3$ ，即用 65% 乙醇提取、提取 3 次、每次 2 h、每次 10 倍量的乙醇。

2.5 验证试验：取金莲花 25 g，按照最佳工艺条件 $A_2B_3C_2D_3$ 进行试验，结果总黄酮的质量分数为 10.12%。

3 讨论

本实验选择与金莲花功效相对应的抗菌、抗病毒活性成分为考核指标具有合理性，以对总黄酮的量影响较大的乙醇体积分数、提取次数、提取时间和乙醇用量为 4 个主要因素，采用正交试验法优化了金莲花的提取工艺。其验证试验结果表明该提取工艺具有稳定性好，操作简便，生产成本较低的优点，适用于产业化，为进一步开发提供参考。

Reference:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1977.

麻杏石甘汤不同配伍对甘草酸的影响

周 斌^{1,2}, 高文远¹, 张铁军^{3*}

- (1. 天津大学药物科学与技术学院, 天津 300072; 2. 江西科技师范学院药学院, 江西 南昌 330013;
3. 天津药物研究院 中药现代部, 天津 300193;)

麻杏石甘汤出自汉代医圣张仲景的《伤寒论》，由麻黄、杏仁、炙甘草、石膏 4 味药组成，具有辛凉宣肺、清热平喘的功效，为清宣肺热，治疗外邪未解，肺热咳喘的常用方剂。甘草酸为甘草主要有效成分之

一，具有抗炎、保肝等药理作用^[1~3]。本实验研究了不同配伍对甘草酸的影响，为深入研究麻杏石甘汤的配伍规律、作用机制提供依据，为开发新型中药制剂提供参考。

收稿日期: 2006-10-26

基金项目: 天津市科技攻关项目 (043180911)

* 通讯作者 张铁军 Tel/Fax: (022)23006848 E-mail: tiezheng4@sina.com

1 仪器与材料

SP8800 高效液相泵, Spectra Focus 紫外检测器, 威玛龙色谱数据工作站, PHS—3C 精密酸度计。

麻黄为麻黄科植物草麻黄 *Ephedra sinica* Stapf 的干燥草质茎, 杏仁为蔷薇科植物山杏 *Prunus armeniaca* L. var. *ansu* Maxim. 干燥成熟种子, 甘草为豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch. 的干燥根茎(炙), 石膏为含结晶水硫酸钙 ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。以上中药饮片购自天津市中药饮片厂, 经天津药物研究院张铁军研究员鉴定。甘草酸单铵盐对照品购自中国药品生物制品检定所, 批号 110731-200306; 甲醇为优级纯, 醋酸铵、冰醋酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 麻杏石甘汤中甘草酸的 HPLC 法测定^[4]

2.1.1 色谱条件: 色谱柱为 Tianhe Irregular C_{18} (250 mm × 4.6 mm, 10 μm); 流动相: 甲醇-0.16 mol/L 醋酸铵溶液-冰醋酸 (67 : 33 : 1); 柱温: 室温; 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长: 250 nm。

2.1.2 标准曲线的制备: 精密称定甘草酸单铵盐对照品 1.69 mg, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并加至刻度, 摇匀即得。依次吸取 2.5、5、7.5、10、12.5、15 μL 对照品溶液注入高效液相色谱仪, 测定。以进样量为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标, 求得回归方程: $Y=1\,548.1\,X-19\,002, r=0.999\,9$ 。表明甘草酸的进样量在 0.422 5 ~ 2.535 μg 与峰面积的线性关系良好。

2.1.3 供试品溶液及阴性溶液的制备: 按处方配比称取各味药材饮片(麻黄 9 g, 杏仁 9 g, 炙甘草 6 g, 石膏 18 g 碎绵裹)3 份及缺炙甘草的阴性对照 3 份, 加水 300 mL, 先煎麻黄 20 min, 后加入浸泡 30 min 的余药共煎 30 min, 煎两次, 滤过, 合并药液, 定容至 500 mL, 摇匀。准确吸取 2 mL, 用流动相定容至 10 mL, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.1.4 麻杏石甘汤中甘草酸的测定结果: 依次进样 20 μL , 测定, 计算得甘草酸的质量分数为 68.5 mg/剂, RSD 为 1.99% ($n=3$)。色谱见图 1。

2.2 配伍对麻杏石甘汤中甘草酸的影响

2.2.1 正交设计因素水平的选择: 选麻黄、杏仁、石膏作为 3 个因素, 选用药和不用药为 2 个水平, 同时考虑两两交互作用, 因素水平见表 1。

2.2.2 试验安排及供试品溶液的分析: 分别称取麻黄 9 g、杏仁 9 g、炙甘草 6 g 和石膏 18 g 按照 $L_8(2^7)$

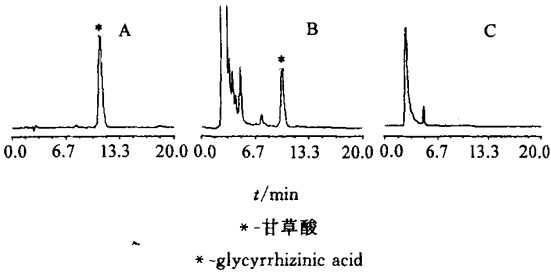


图 1 甘草酸铵对照品(A)、麻杏石甘汤(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of ammonium glycyrrhizinate reference substance (A), Moxing Shigan Decoction (B), and negative sample (C)

表 1 因素水平

Table 1 Factors and levels

水平	因 素		
	A 麻黄	B 杏仁	C 石膏
1	用药	用药	用药
2	不用药	不用药	不用药

正交试验表安排试验, 得到 8 组药液, 精密量取每组药液 2 mL 用流动相定容至 10 mL, 摇匀, 0.45 μm 滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 进样 20 μL , 测定, 计算甘草酸的质量分数, 结果见表 2, 方差分析见表 3。

2.2.3 正交试验各组溶液的 pH 测定: 分别量取 8 组药液 200 mL, 离心 20 min, 取上清液在室温下测定溶液的 pH 值, 结果见表 4。

表 2 $L_8(2^7)$ 正交试验设计及结果

Table 2 Design and result of $L_8(2^7)$ orthogonal fest

试验号	A	B	A×B	C	A×C	B×C	D	甘草酸/ (mg · 剂 ⁻¹)
1	1	1	1	1	1	1	1	70.4
2	1	1	1	2	2	2	2	81.6
3	1	2	2	1	1	2	2	74.5
4	1	2	2	2	2	1	1	76.3
5	2	1	2	1	2	1	2	80.8
6	2	1	2	2	1	2	1	82.4
7	2	2	1	1	2	2	1	77.6
8	2	2	1	2	1	1	2	85.6
K_1	75.70	78.80	78.80	75.82	78.22	78.27	76.67	
K_2	81.60	78.50	78.50	81.47	79.07	79.02	80.62	
R	5.90	0.30	0.30	5.65	0.85	0.75	3.95	

表 3 方差分析

Table 3 Analysis of variance

方差来源	离差平方和	自由度	F 值	显著性
A	69.620	1	10.19	$P<0.05$
C	63.845	1	9.35	$P<0.05$
误差(B+A×B+A×C+B×C+D)	34.135	5		

$F_{0.05}(1,5)=6.61$ $F_{0.01}(1,5)=16.3$

表 4 各组方溶液的 pH 值
Table 4 pH Value in different decoctions

试验号	配 伍	pH 值
1	甘草+麻黄+杏仁+石膏	6.26
2	甘草+麻黄+杏仁	6.19
3	甘草+麻黄+石膏	6.22
4	甘草+麻黄	6.26
5	甘草+杏仁+石膏	6.77
6	甘草+杏仁	6.89
7	甘草+石膏	7.05
8	甘草	7.15

3 讨论

从方差分析可以看出,麻黄和石膏对甘草酸的量影响差异具有显著性,两两交互作用的影响没有显著性;表 2 也显示,杏仁降低了甘草酸的量,但影响不显著。单味甘草水煎液中甘草酸的量最高,共煎药液中甘草酸的量最低。是否由于甘草酸与麻黄碱形成了复合物,是否由于甘草酸与石膏中金属离子形成络合物而导致甘草酸的量降低,有待于进一步证实。各组药液的 pH 值的变化对甘草酸量的影响不大。

共煎药液中甘草酸的量比单味甘草水煎液中的

低,并不意味着配伍后药效一定比单味的药效低。中医方剂的疗效是方中各化学成分之间相互作用的综合效果,当方中协同作用所起的功能占主导地位时,即使有效成分的量降低了,仍会增强疗效,仍有相辅相使的作用。麻黄碱、甘草酸与石膏中的 Cu^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Mn^{2+} 离子形成络合物,可使家兔退热,而单用麻黄碱或甘草酸则无退热效果^[5]。提示全方的配伍才能发挥药效作用。

References:

- [1] Gao Z Q, Yu J R, Wang L, et al. Effect of monoammonium glycyrrhetate on peritoneal adhesions and VEGF and bFGF in rat [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med* (中药药理与临床), 2005, 21(2): 12-14.
- [2] Zou L Y, Wu T, Cui L. Effect of glycyrrhizin on CCl_4 -induced liver cirrhosis and bone loss in mice [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 2002, 18(4): 437-441.
- [3] Wu X M, Lu J, Li B R, et al. Therapeutic effects of epimeric glycyrrhizic acids on hepatic injury in rats [J]. *Acta Pharmacol Sin* (中国药理学报), 1992, 13(4): 370-374.
- [4] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol I. 2005.
- [5] Chen Q H, Wu B F, Cui W J. Studies on traditional Chinese medicinal prescription Maxing Shigan Tang by bio-coordination chemistry [J]. *J Chin Pharm Sci* (中国药科学:英文版), 1993, 2(1): 85-87.

FIA-UV 法测定固骨缓释胶囊中总黄酮

王 允¹, 刘 毅¹, 付超美², 姚 干¹

(1. 重庆邮电大学, 重庆 400065; 2. 成都中医药大学, 四川 成都 610075)

固骨缓释胶囊是由淫羊藿和骨碎补经提取纯化有效部位制成的复方口服缓释制剂,主要用于骨质疏松症的治疗。总黄酮为主要活性部位。淫羊藿中总黄酮的测定方法有紫外分光光度法、高效液相色谱法等^[1]。流动注射分析法(flow injection analysis, FIA)是在连续流动分析技术(continuous flow analysis)基础上发展起来的一种新的溶液连续流动分析技术。因此本实验将流动注射分析与紫外分光光度法联用,对固骨缓释胶囊中总黄酮进行了测定,结果具有自动化程度高、分析速度快、设备和操作简单,通用性强,试剂消耗量少等优点^[2]。

1 仪器和试剂

752 型紫外光栅分光光度计(山东高密彩虹分

析仪器有限公司);FLW—1 型 FIA 分析仪(自制);HP3390A 自动积分记录仪,ILLIQ 纯水机(大迈仪器上海有限公司);SHZ—C 型循环水式多用真空泵(巩义市英欲予华仪器厂);SENCR520B 旋转蒸发器(上海申生科技有限公司),Sartorius CP224S 电子天平。

淫羊藿苷对照品(批号 0737-200111,供定量测定用,经 HPLC 法测得质量分数为 100%)由中国药品生物制品检定所提供;固骨缓释胶囊由重庆邮大学生物信息学院现代中药教研室提供,0.25 g/粒;其他试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取淫羊藿苷 1 mg,

收稿日期:2006-08-03

基金项目:重庆邮电大学基金资助项目(A2005-23)

作者简介:王 允(1973—),男,四川阆中人,讲师,硕士,主要研究方向为中药有效部位的提取分离及检测技术,中药新剂型研究、中药剂型改革、中药新药研究。 Tel: (023)62461248 E-mail:wy731224@sohu.com

麻杏石甘汤不同配伍对甘草酸的影响

作者：[周斌](#)，[高文远](#)，[张铁军](#)
作者单位：[周斌\(天津大学药物科学与技术学院, 天津, 300072;江西科技师范学院药学院, 江西, 南昌, 330013\)](#)，[高文远\(天津大学药物科学与技术学院, 天津, 300072\)](#)，[张铁军\(天津药物研究院, 中药现代部, 天津, 300193\)](#)
刊名：[中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2007, 38 (6)
被引用次数：1次

参考文献(5条)

1. [Gao Z Q;Yu J R;Wang L](#) [Effect of monoammonium glycyrrhetate on peritoneal adhesions and VEGF and bFGF in rat](#)[期刊论文]-[中药药理与临床](#) 2005 (02)
2. [Zou L Y;Wu T;Cui L](#) [Effect of glycyrrhizin on CCl4-induced liver cirrhosis and bone loss in mice](#)[期刊论文]-[中国药理学通报](#) 2002 (04)
3. [Wu X M;Lu J;Li B R](#) [Therapeutic effects of epimeric glycyrrhizic acids on hepatic injury in rats](#) 1992 (04)
4. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
5. [Chen Q H;Wu B F;Cui W J](#) [Studies on traditional Chinese medicinal prescription Maxing Shigan Tang by bio-coordination chemistry](#)[期刊论文]-[中国药学\(英文版\)](#) 1993 (01)

本文读者也读过(10条)

1. [武孔云](#). [梁光义](#). [贺祝英](#). [靳风云](#). [李星](#). [冯华](#). [Wu Kong-yun](#). [LIANG Guang-ya](#). [HE Zhu-ying](#). [JIN Feng-yun](#). [LI Xing](#). [FENG Hua](#) [麻杏石甘汤传统汤剂与颗粒汤剂中苦杏仁苷含量差异原因的研究](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2008, 19 (2)
2. [武孔云](#). [梁光义](#). [贺祝英](#). [靳风云](#). [李星](#). [冯华](#). [Wu Kongyun](#). [Liang Guangyi](#). [He Zhuying](#). [Jin Fengyun](#). [Li Xing](#). [Feng Hua](#) [石膏对麻杏石甘汤中甘草酸含量影响的研究](#)[期刊论文]-[世界科学技术-中医药现代化](#)2008, 10 (2)
3. [赵越平](#). [李晓玮](#). [王胜春](#) [麻杏石甘汤提取工艺优选](#)[期刊论文]-[中成药](#)2007, 29 (9)
4. [黎同明](#). [王桂香](#). [全世健](#). [高洁](#). [王沛坚](#). [LI Tongming](#). [WANG Guixiang](#). [QUAN Shijian](#). [GAO Jie](#). [WANG Peijian](#) [麻杏石甘汤对哮喘模型小鼠氧自由基代谢的影响](#)[期刊论文]-[广州中医药大学学报](#)2006, 23 (6)
5. [陈雪梅](#) [麻杏石甘汤中石膏用量的重要性](#)[期刊论文]-[四川中医](#)2001, 19 (2)
6. [金爱军](#). [Jin Aijun](#) [麻杏石甘汤加減治疗小儿支气管肺炎疗效观察](#)[期刊论文]-[浙江中医药大学学报](#)2010, 34 (5)
7. [周斌](#). [高文远](#). [张铁军](#). [张家欣](#). [ZHOU Bin](#). [GAO Wen-yuan](#). [ZHANG Tie-jun](#). [ZHANG Jia-xin](#) [不同配伍对麻杏石甘汤中石膏溶出量影响的研究](#)[期刊论文]-[上海中医药杂志](#)2007, 41 (1)
8. [尉小慧](#). [张兆旺](#). [孙秀梅](#) [麻杏石甘汤现代研究概况](#)[期刊论文]-[山东中医药大学学报](#)2003, 27 (1)
9. [程刘海](#). [张茂平](#). [王明杰](#). [Cheng Liuhai](#). [Zhang Maoping](#). [Wang Mingjie](#) [论麻杏石甘汤证无表证](#)[期刊论文]-[河南中医](#)2008, 28 (12)
10. [朱颖](#). [刘晓东](#) [Treatment of Chronic Bronchitis with Modified Ma Xing Shi Gan Tang and Er Chen Tang](#) [期刊论文]-[中医杂志\(英文版\)](#) 2004, 24 (1)

引证文献(1条)

1. [邱天宝](#). [刘素梅](#). [方忠意](#). [班付国](#). [韩立](#). [王丽](#) [HPLC法测定麻杏石甘散中甘草酸的含量](#)[期刊论文]-[中兽医医药杂志](#) 2013 (3)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706022.aspx