

对照品溶液。分别取 1、5、10、15、18、20、25 μL 进样测定,记录峰面积。以进样质量为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程 $Y = 1\ 370\ 020.32 X - 6\ 718.960\ 2, r = 0.999\ 9$ 。结果显示芍药苷在 0.038 6~0.772 0 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

3.7 精密度试验:取 0.038 6 mg/mL 芍药苷对照品溶液,进样 6 次,每次 10 μL ,测定峰面积,计算得其 RSD 为 1.77%。

3.8 稳定性试验:取批号 040526 样品制备供试品溶液,放置 0、2、4、8、12 h,分别精密量取 10 μL 进样,测定芍药苷的峰面积,计算得其 RSD 为 1.31%,说明供试品溶液在制备后 12 h 内稳定。

3.9 重现性试验:取批号 040526 的样品 6 份,精密称定,分别制备供试品溶液,进样测定,计算得芍药苷的平均质量分数为 1.886 1 mg/g, RSD 为 0.61%。

3.10 加样回收试验:取批号 040526 的样品适量,共 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别准确加入 1 mL 0.465 mg/mL 芍药苷对照品溶液,制备供试品溶液,进样测定,计算得平均回收率为 98.86%, RSD 为 0.92%。

3.11 样品测定:取 10 批样品,制备供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL ,注入液相色谱仪,采用外标法计算芍药苷的质量分数,结果见表 1。考虑到所购药材中芍药苷的差异,

故将样品中定量限度定为本品每片以芍药苷计不得少于 0.6 mg。

表 1 妇炎康分散片中芍药苷的测定结果
Table 1 Determination of paeoniflorin in Fuyankang Dispersed Tablets

批 次	芍药苷/(mg·片 ⁻¹)	批 次	芍药苷/(mg·片 ⁻¹)
040416	0.948 9	040512	0.990 0
040417	0.982 6	040513	0.982 5
040425	0.983 9	040526	0.961 9
040426	0.972 7	040527	0.954 2
040511	0.974 9	040528	0.975 4

4 讨论

按本品处方比例及制备工艺分别制备的不含延胡索、黄柏、赤芍、苦参的缺味样品并制成阴性对照溶液,将它们分别与相应的供试品同板进行薄层色谱试验。结果表明各阴性对照均无相应斑点,该 4 味药的鉴别方法具有专属性。

测定芍药苷时,供试品的提取方法进行了索氏提取、超声、回流 3 种提取方式比较,结果采用超声法提取得到的样品中芍药苷的量比索氏提取和回流得到的都高,提取更完全,并且方法简便,故选择超声作为提取方法。采用超声处理的方法,比较了甲醇、乙醇、75%乙醇对样品中芍药苷提取效果的影响,结果以 75%乙醇所得提取率最高,因此选择 75%乙醇为提取溶剂。采用 75%乙醇超声提取,分别比较了提取 5、10、20、30 min 时样品中芍药苷的量,结果提取 20 min 得到的芍药苷的量较高,故采用超声提取 20 min。

发汗与不发汗续断中水溶性浸出物和川续断皂苷 VI 的比较

王 初

(杭州市中医院,浙江 杭州 310007)

续断为川续断科植物川续断 *Dipsacus asperoides* C. Y. Cheng et T. M. Ai 的干燥根。味苦、辛,微温,归肝、肾经,具有补肝肾,行血脉,续折伤的功用,临床上多用于腰膝酸软、风湿痹痛、崩漏、胎漏、跌打损伤等症。续断在秋季采挖。《浙江省中药炮制规范》中续断采用除去根头和须根,用微火烘至半干,堆置“发汗”至内部变绿色时,再烘干获得。近年来,市场上存在使用没有发汗或未发汗完全的续断药材,并且其颜色和性状与发汗完全的续断药材

也具有很大的区别。因此本实验比较发汗与不发汗续断药材中水溶性浸出物和药效成分的差异,探讨发汗工艺对续断药材炮制的影响。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪,超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),Mettler XS105 电子天平,Memmert 电热恒温鼓风干燥箱。发汗与不发汗续断药材均由浙江中医药大学中药饮片厂提供,经浙江中医药大学中药饮片厂张云副主任中药师鉴

定为川续断科植物川续断 *D. asperoides* C. Y. Cheng et T. M. Ai 的干燥根。发汗方法参照《中国药典》2005 年版和《浙江省中药炮制规范》。川续断皂苷 VI 对照品购自中国药品生物制品检定所。甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 水溶性浸出物的测定^[1]:取续断药材 4 g,精密称定,置 100 mL 锥形瓶中,精密加水 50 mL,密塞,称定质量,静置 1 h 后,连接回流冷凝管,加热至沸腾,并保持微沸 1 h。放冷后,取下锥形瓶,密塞,再称定质量,用水补足减失的质量,摇匀,用干燥滤器滤过,精密量取滤液 25 mL,置已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于 105 ℃干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定质量,计算供试品溶液中水溶性浸出物的质量分数,结果见表 1。

表 1 发汗与不发汗续断中水溶性浸出物的比较 (n=3)

Table 1 Comparison of water-soluble extracts between diaphoretic processed *D. asperoides* and non-diaphoretic processed ones (n=3)

批 次	水溶性浸出物/%	
	发汗	不发汗
060208	47.70	47.90
060215	42.30	46.70
060314	45.20	47.20
060413	49.60	53.10
060718	40.90	45.20

2.2 川续断皂苷 VI 的测定^[1]

2.2.1 对照品溶液的制备:精密称取川续断皂苷 VI 对照品适量,加甲醇制成 1.5 mg/mL 的溶液。精密量取 1 mL,置 50 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备:取续断药材细粉约 0.5 g,精密称定,置具锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,密塞,称定质量,超声处理 30 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 5 mL,置 50 mL 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 色谱条件与系统适用性试验:以十八烷基键合硅胶为填充剂,以乙腈-水(30:70)为流动相,检测波长为 212 nm。理论板数按川续断皂苷 VI 峰计算应不低于 3 000。

2.2.4 测定法:分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,测定,结果见表 2。

表 2 发汗与不发汗续断药材中川续断皂苷 VI 的比较 (n=3)

Table 2 Comparison of akebia saponin D in diaphoretic processed *D. asperoides* and non-diaphoretic processed ones (n=3)

批 次	川续断皂苷 VI/%	
	发汗	不发汗
060208	11.60	12.30
060215	9.10	9.40
060314	7.60	8.10
060413	6.80	7.50
060718	8.20	10.10

3 讨论

续断一直沿用已发汗药材,但本实验结果表明不发汗续断中水溶性浸出物和川续断皂苷 VI 的量较发汗续断的高。因此笔者拟通过药效和毒理实验进一步探讨发汗工艺对续断质量的影响,为实际生产提供参考。

Reference:

[1] *Ch P* (中国药典) [S] Vol 1. 2005.

《中草药》杂志被评为“第五届中国百种杰出学术期刊”

2006 年 10 月 27 日中国科学技术信息研究所公布了“第五届中国百种杰出学术期刊”名单,《中草药》杂志获此殊荣——“第五届中国百种杰出学术期刊”。这个名单是按照期刊指标评价体系对重要指标(影响因子、总被引频次、他引总引比、基金论文比和即年指标)进行打分的结果,并在近几年来召开了 20 余场专家研讨会,对评价指标不断进行推敲和改进而评出的。

摘自中国科学技术信息研究所《2005 年度中国科技论文统计与分析年度报告》

发汗与不发汗续断中水溶性浸出物和川续断皂苷VI的比较

作者: [王初](#)
作者单位: [杭州市中医院, 浙江, 杭州, 310007](#)
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: 5次

参考文献(1条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005

引证文献(6条)

1. [余盛贤](#), [张春霞](#), [陈承瑜](#), [晏仁义](#), [杨滨](#), [廖朝林](#), [由金文](#) “发汗”对厚朴质量的影响[期刊论文]-[中国中药杂志](#) 2010(14)
2. [刘成红](#), [武志](#) HPLC测定强肾镇痛丸中川续断皂苷VI[期刊论文]-[中成药](#) 2009(12)
3. [邓小慧](#), [李淑贤](#), [王霆](#), [张丹](#), [梁生旺](#) 三仙壮骨胶囊提取工艺研究[期刊论文]-[广东药学院学报](#) 2008(6)
4. [彭键](#) 高效液相色谱法测定跌打丸中川续断皂苷VI的含量[期刊论文]-[中南药学](#) 2012(1)
5. [金奇](#), [来平凡](#), [张云](#), [杜伟锋](#), [徐姗姗](#), [吴芳](#) 续断炮制历史沿革与现代炮制研究进展[期刊论文]-[中国药业](#) 2010(24)
6. [金奇](#), [来平凡](#), [张云](#), [杜伟锋](#), [徐姗姗](#), [吴芳](#) 续断炮制历史沿革与现代炮制研究进展[期刊论文]-[中国药业](#) 2010(24)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706030.aspx