

液,进行测定,结果见表1。根据测定结果,暂定本品含补骨脂以补骨脂素和异补骨脂素的总量计,不得少于0.15mg/g。

表1 全鹿丸中补骨脂素和异补骨脂素的测定结果

Table 1 Determination of psoralen and isopsoralen

批号	补骨脂素/ (mg·g ⁻¹)	异补骨脂素/ (mg·g ⁻¹)	总量/ (mg·g ⁻¹)
050802	0.105	0.105	0.21
051103	0.102	0.105	0.21
060401	0.107	0.110	0.22

4 讨论

测定波长的选择:取补骨脂素、异补骨脂素对照品溶液(质量浓度分别为9.75 μg/mL、9.17 μg/mL),在200~400 nm波长扫描,结果均在246 nm

处有最大吸收,与现行版药典收载的补骨脂药材补骨脂素、异补骨脂素测定项的测定波长一致,故确定全鹿丸的测定波长为246 nm。

流动相的选择:曾采用乙腈-水(30:70)、乙腈-水(32:68)、甲醇-水(55:45)、甲醇-水(50:50)为流动相进行比较,结果乙腈-水系统分离效果较好,两者中以乙腈-水(30:70)为流动相是补骨脂素、异补骨脂素出峰时间较为合适。

不同色谱柱考察:取同一供试品(批号051103)溶液,分别比较了Agilent XDB C₁₈、Agilent Zorbax SB C₁₈、Sunfire C₁₈ 3种色谱柱对补骨脂素、异补骨脂素测定的影响,结果表明,不同厂家色谱柱对测定结果影响不大(RSD为2.0%)。

硫磺熏蒸对山药中尿囊素的影响

赵海霞^{1,2},刘伟^{1*}

(1. 康美药业股份有限公司博士后工作站,广东普宁 515341; 2. 山东中医药大学附属医院,山东济南 250011)

摘要:目的 探讨硫磺熏蒸对山药中尿囊素的影响。方法 以尿囊素为指标,选择硫磺用量、熏蒸时间、熏蒸次数3个因素,用L₉(3⁴)正交试验表,考察不同熏蒸工艺尿囊素的量并与未熏蒸山药进行比较。结果 硫磺用量为100 g/m³,熏蒸1次,熏蒸2 h,尿囊素的量最高。结论 不同熏蒸工艺对山药中尿囊素有一定影响,且有随硫磺用量增加、熏蒸时间延长、次数增加而减少的趋势。

关键词:山药;硫磺熏蒸;尿囊素;高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2009)06-0903-02

山药为薯蓣科多年生宿根蔓草植物薯蓣 *Dioscorea opposita* Thunb. 的干燥根茎,具有补脾养胃、生津益肺、补肾涩精的功效,临床常用于脾虚食少、久泻不止、肺虚喘咳、肾虚遗精、带下尿频、虚热消渴等症。山药含有多种化学成分,尿囊素是山药的活性成分之一。尿囊素具有修复上皮组织,促进皮肤溃疡和伤口愈合,具有生肌作用,可用于胃及十二指肠溃疡等^[1]。山药在加工处理过程中,须经硫磺熏蒸以利于贮存保质。但硫磺具有一定毒性,且中药熏硫会破坏或改变方剂的功效,并破坏其化学成分。为保证临床用药的质量,本实验以尿囊素为指标,就硫磺熏蒸山药的影响因素进行了探讨。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, Agilent 二元泵 DAD 检测器。

尿囊素对照品购自中国药品生物制品检定所,批号1501-200001; 甲醇为色谱纯,水为自制重蒸水,硫磺为药用硫磺;山药购自普宁药材市场,经国家中药现代化工程技术中心曹晖教授鉴定为薯蓣科植物薯蓣 *D. opposita* Thunb. 的干燥根茎。

2 方法与结果

2.1 硫磺熏制的山药样品的制备:采用不锈钢材料自制熏箱,熏箱内容积为0.5 m³,内设2层网状隔板,熏箱顶部安装一小型排风扇,底部留一观察窗。实验时,将500 g 山药饮片均匀摆放在网状隔板上,称取规定量药用硫磺置于搪瓷盘中,并放入熏箱底部,点燃硫磺,关闭熏箱门及排风扇,待硫磺形成明显蓝色火焰时,用胶带将熏箱门封闭。熏至规定时间后,打开排风扇抽气1 h,开启熏箱门。

2.2 尿囊素的测定方法的建立^[2]

* 收稿日期:2008-11-24

作者简介:赵海霞(1965-),女,山东威海人,副主任药师,博士,研究方向:中药新药开发及中药炮制原理的研究。

Tel: 13793188011 E-mail: zhaohx1115@126.com

2.2.1 色谱条件: Hypersil ODS 柱(200 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(1:9); 体积流量: 0.5 mL/min; 柱温: 30 °C; 检测波长: 224 nm。理论板数按尿囊素计不低于 3 000。

2.2.2 对照品溶液的制备: 精密称取 5.97 mg 置 50 mL 量瓶中, 加水溶解并定容。再精密吸取 10 mL 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备: 取山药熏蒸前及各熏蒸工艺炮制品粉末约 50 mg, 精密称定, 置 10 mL 干燥量瓶中, 加重蒸水 1 mL 润湿, 20 °C(实验时为室温, 以后考虑加少量冰控制温度) 超声处理 10 min, 加入甲醇约 7 mL, 于 20 °C(实验时为室温) 超声处理 20 min, 用甲醇稀释至刻度, 充分振荡, 静置 1 h, 沉淀蛋白质、糖类等大分子。以 4 000 r/min 离心 10 min, 取上清液 2 mL, 于 5 mL 量瓶中, 用重蒸水稀释至刻度, 充分振荡, 过 0.45 μm 滤膜, 得未熏蒸山药供试液和 1~9 号炮制品供试液。

2.2.4 精密度试验: 精密吸取未熏蒸山药供试品溶液 6 μL, 连续进样 6 次, 记录尿囊素峰面积, 结果其 RSD 为 1.10%。

2.2.5 稳定性试验: 精密吸取未熏蒸山药供试品溶液 6 μL, 每隔 1 h 进样 1 次, 结果尿囊素的峰面积的 RSD 为 1.17%, 结果表明供试品溶液在 5 h 内稳定。

2.2.6 重现性试验: 精密称取同一熏蒸工艺的样品 5 份, 制备供试品溶液, 分别进样 6 μL, 按外标法计算尿囊素的质量分数, 结果 RSD 为 0.75%。

2.2.7 回收率试验: 精密称取山药粉末 50 mg, 平行 5 份, 分别精密添加尿囊素对照品约 0.5 mg, 制备供试品溶液, 进样测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 98.63%, RSD 为 1.36%。

2.2.8 测定: 取尿囊素对照品溶液和供试品溶液各 6 μL 进样, 每份样品重复 3 次, 采用外标法计算。

2.3 山药硫磺熏制的正交试验法优选: 选用 $L_9(3^4)$ 试验设计, 以尿囊素为指标, 结合生产实际, 选择硫磺用量(A)、熏蒸次数(B)、熏蒸时间(C)、抽风排气时间(D) 作为考察因素, 其中抽排风时间统一规定为 1 h。各因素水平见表 1。测定结果见表 2, 方差分析结果见表 3。方差分析结果表明, 因素 A 和因素 B 对硫磺熏蒸后山药中尿囊素有显著的影响, 因素 C 无显著影响。因此山药硫磺熏制的最佳工艺为硫磺用量为 100 g/m³, 熏蒸 1 次, 熏蒸 2 h。

2.4 验证试验: 取山药饮片 3 批, 各 500 g, 按优选出的熏蒸工艺条件进行熏蒸, 并测定尿囊素的质量分数, 结果尿囊素的质量分数分别为 0.67%、

表 1 因素水平

Table 1 Factors and levels

水平	因素			
	A/(g·m ⁻³)	B/h	C/次	D/h
1	100	2	1	1
2	140	4	2	1
3	180	6	3	1

表 2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

试验号	A	B	C	D	尿囊素/%
1	1	1	1	1	0.66
2	1	2	2	2	0.56
3	1	3	3	3	0.58
4	2	1	2	3	0.59
5	2	2	3	1	0.50
6	2	3	1	2	0.54
7	3	1	3	2	0.53
8	3	2	1	3	0.47
9	3	3	2	1	0.42
K_1	1.80	1.78	1.67	1.58	
K_2	1.63	1.53	1.57	1.63	
K_3	1.42	1.54	1.61	1.64	
R	0.1267	0.0833	0.0333	0.0167	

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	0.02416	2	0.0121	35.065	$P < 0.05$
B	0.01336	2	0.0067	19.387	$P < 0.05$
C	0.00169	2	0.0008	2.452	
误差 e	0.00069	2	0.0003	1	

$$F_{0.05}(2, 2) = 19.00 \quad F_{0.01}(2, 2) = 99.00$$

0.65%、0.64%, 表明优选出的工艺条件稳定可行。

3 讨论

选择熏蒸工艺的同时还测定了未经硫磺熏蒸的山药中尿囊素的质量分数, 为 0.69%, 可见硫磺熏蒸对山药中的尿囊素有一定的影响, 且有随硫磺用量增加、熏蒸时间延长、次数增加而减少的趋势。

山药硫磺熏蒸工艺的选择除以山药中尿囊素为指标外, 还需考虑山药中残留二氧化硫不同程度的增加。

硫磺熏蒸是中药传统的养护方法之一。山药经硫磺熏蒸后, 色白光亮, 美观, 不易生虫, 大大延长其贮存保质时间, 但研究发现, 山药经熏蒸后不仅对其有效成分有所影响, 而且还产生了对人体有害的二氧化硫和重金属, 综上所述, 山药熏硫弊多利少, 因此选择既能保持山药较好的外观和防腐, 又能保证其质量及用药安全的新的加工工艺势在必行。

参考文献:

- [1] 黄泰康. 常用中药成分与药理手册 [M]. 北京: 中国中医药科技出版社, 1994
- [2] 王玲, 王东. 不同产地山药中尿囊素含量的 HPLC 测定 [J]. 河南中医学院学报 2006 21(5): 20-21