

炮制方法对杜仲中松脂醇二葡萄糖苷含量的影响*

张亚强¹, 宋莎莎¹, 彭修娟², 崔九成¹

(1. 陕西中医学院; 2. 陕西国际商贸学院, 陕西 咸阳 712046)

摘要:目的: 研究不同炮制方法对杜仲中松脂醇二葡萄糖苷含量的影响。方法: 采用 HPLC 法测定杜仲生品及 6 种不同炮制品中松脂醇二葡萄糖苷的含量。结果: 不同炮制方法松脂醇二葡萄糖苷的含量不同, 其中: 盐制砂炒 II > 盐蒸制 > 盐制砂炒 I > 盐炒制 II > 盐炒制 I > 清炒 > 生品。结论: 炮制方法对杜仲中松脂醇二葡萄糖苷含量有显著影响, 且以传统的杜仲盐制砂炒方法较为理想。

关键词: 杜仲; 炮制方法; 松脂醇二葡萄糖苷

中图分类号: R283.3

文献标识码: A

文章编号: 1673-2197(2009)02-0049-02

杜仲为杜仲科植物杜仲 (*Eucommia ulmoides Oliv.*) 的干燥树皮, 为我国名贵药材, 始载于《神农本草经》, 列为上品, 具有补肝肾、强筋骨、安胎^[1]之功效。杜仲皮含有多种活性成分^[2], 其中松脂醇二葡萄糖苷 (Pinores inoldigluco-side, PDG) 和绿原酸 (Chlorogenic Acid) 有降压作用^[3,4]。盐制杜仲为 2005 版药典收录的炮制品, 本篇以松脂醇二葡萄糖苷含量为指标, 比较不同炮制方法对其含量的影响, 为临床盐制杜仲提供科学依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Sartorius BP211D 型电子分析天平 (德国), FW177 型中草药粉碎机 (天津市泰斯特仪器有限公司), Waters2690 高效液相色谱仪, Waters996 二极管阵列检测器, Millennium 32 色谱工作站, H66025T 型超声清洗仪。

1.2 试药

杜仲原药材购自西安市药材市场, 经生药教研室王继涛教授鉴定为杜仲科植物杜仲 (*Eucommia ulmoides Oliv.*) 的干燥树皮。松脂醇二葡萄糖苷对照品 (购于中国药品生物制品检定所, 批号 111537-200501)。流动相所用甲醇为色谱纯, 水为重蒸水 (实验室自制), 盐水均为 2% 的食盐水溶液, 磷酸等其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 不同炮制品的制备

杜仲生品的制备: 将杜仲除去粗皮, 洗净润透, 用切药刀切成 3~4 mm 的横丝 (垂直于胶丝的生长方向)。

不同炮制品的制备 (所用盐水均为 2% 的食盐水溶液):

(1) 清炒法: 取 100g 杜仲丝置炒制容器内, 中火炒至颜色加深, 有焦斑, 丝易断时, 取出晾凉。

(2) 盐炒制 I: 取 100g 杜仲丝, 置容器内加盐水拌匀, 加盖闷润。待盐水被吸尽后, 置炒制容器内, 中火炒至颜色加深, 有焦斑, 丝易断时, 取出晾凉。

(3) 盐炒制 II: 取 100g 杜仲丝, 置炒制容器内, 中火炒至颜色加深, 有焦斑, 丝易断时, 取出, 喷淋盐水拌匀, 再置炒制容器内炒干, 取出晾凉。

(4) 盐制砂炒 I: 将河砂置锅内炒至灵活状态后, 取用盐水闷润好的杜仲丝 100g 倾入锅内, 中火反复翻炒 20min, 取出晾凉。

(5) 盐制砂炒 II: 将专用温度计置入锅内, 放入适量细砂, 将 100g 杜仲丝置入锅内, 中火反复翻炒 20min 后取出, 筛去细砂, 喷淋盐水拌匀, 再置炒制容器内炒干, 取出晾凉。

(6) 盐蒸制: 取 100g 杜仲丝, 置容器内加盐水拌匀, 加盖闷润。待盐水被吸尽后, 置锅内中火蒸制 1h, 取出晾凉。

2.2 色谱条件

色谱柱: Welch Materials C₁₈ (4.6mm × 250mm, 5μm); 流动相: 甲醇-0.4% 磷酸溶液 (25:75); 柱温: 25℃; 检测波长: 277nm; 流速: 1mL · min⁻¹; 进样量: 10μL。

2.3 对照品溶液的制备

取松脂醇二葡萄糖苷对照品适量, 置于五氧化二磷减压干燥器中干燥 12h, 精密称定, 加甲醇溶解、定容, 制成每

收稿日期: 2008-12-08

基金项目: 陕西省科学技术研究发展计划项目 [2006K16-G3(3)]

作者简介: 张亚强 (1966-), 男, 陕西宝鸡人, 陕西中医学院副教授, 研究方向为中药药理。

1mL 含松脂醇二葡萄糖苷 0.218mg 的对照品溶液, 备用。

2.4 供试品溶液的制备

取上述不同炮制品粉末各 1g, 精密称定, 置于三角瓶内, 精密加入甲醇 25mL, 称重, 超声处理 1h 后, 放凉, 用甲醇补足缺失量, 滤过, 弃去初滤液, 取续滤液作为供试品溶液。

2.5 线性关系考察

精密吸取松脂醇二葡萄糖苷对照品溶液 1、3、5、7、9 μ L, 按 2.2 项下的色谱条件测定。以进样量 (μ g) 为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 441480X - 3092.9 (r = 0.9995)$ 。结果显示, 松脂醇二葡萄糖苷在 0.218~1.962 μ g 线性关系良好。

2.6 稳定性试验

取同一供试品溶液, 分别于 0、2、4、6、8、10、12h 进样 10 μ L, 测定松脂醇二葡萄糖苷的峰面积, 结果表明, 该供试

样品在 12h 内具有良好的稳定性, RSD 为 2.2%。

2.7 精密度试验

取同一供试品溶液 10 μ L, 连续进样 5 次, 测定松脂醇二葡萄糖苷的峰面积。结果表明本法精密度较好, RSD 为 1.62%。

2.8 重复性实验

取同一样品共 5 份, 照“供试品溶液制备”项下的方法制备供试品溶液, 测定松脂醇二葡萄糖苷的峰面积, 结果表明本法重复性良好, RSD 为 1.82%。

2.9 回收率试验

取已知含量的样品 6 份, 精密加入一定量的松脂醇二葡萄糖苷对照品溶液, 照“供试品溶液制备”项下的方法制备供试品溶液, 取 10 μ L 注入液相色谱仪, 测定松脂醇二葡萄糖苷的峰面积, 计算回收率, 结果显示, 松脂醇二葡萄糖苷的平均回收率为 99.49%, RSD 为 1.81% (见表 1)。

表 1 松脂醇二葡萄糖苷加样回收率测定 (n=6)

序号	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	1.1321	1.0900	2.2021	98.16		
2	1.0978	1.0900	2.1878	97.24		
3	1.2260	1.1990	2.4470	101.83	99.49	1.81
4	1.5415	1.3625	2.8824	98.41		
5	1.8622	1.4715	2.3420	100.56		
6	1.7491	1.4715	2.2315	100.74		

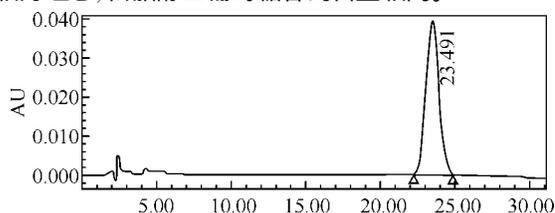
2.10 样品的含量测定

分别吸取各供试品溶液 10 μ L, 注入液相色谱仪, 按 2.2 项下的色谱条件测定, 记录峰面积, 由回归方程计算松脂醇二葡萄糖苷的含量, 结果见表 2。松脂醇二葡萄糖苷对照品与样品色谱图见图 1。

表 2 杜仲不同炮制品中松脂醇二葡萄糖苷测定结果

序号	炮制方法	松脂醇二葡萄糖苷的含量(%)
1	清炒法	0.210
2	盐炒制 I (先拌后炒)	0.213
3	盐炒制 II (先炒后拌)	0.226
4	盐制砂炒 I (先拌后炒)	0.254
5	盐制砂炒 II (先炒后拌)	0.286
6	盐蒸制	0.275
7	生品	0.158

结果表明: 采用不同炮制方法, 松脂醇二葡萄糖苷含量不同, 呈以下趋势: 盐制砂炒 II > 盐蒸制 > 盐制砂炒 I > 盐炒制 II > 盐炒制 I > 清炒 > 生品。传统的杜仲盐制砂炒方法较为理想, 松脂醇二葡萄糖苷的含量较高。



松脂醇二葡萄糖苷对照品 HPLC 色谱

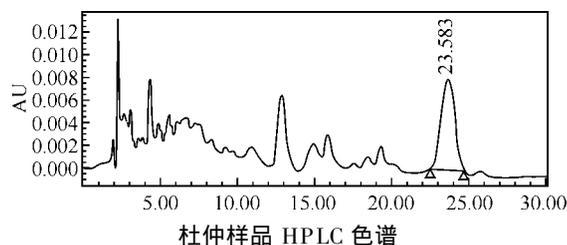


图 1 松脂醇二葡萄糖苷对照品与样品色谱

3 讨论

(1) 在流动相的选择上, 通过对乙腈-不同浓度磷酸溶液系统, 及其乙腈-磷酸溶液不同比例的洗脱系统进行研究, 最终选择甲醇-0.4% 磷酸溶液 (25:75) 出峰较为合适, 可达到基线分离。

(2) 本研究对于检测波长的选择, 进行了全波长扫描, 松脂醇二葡萄糖苷选用 277nm, 系统稳定性好, 干扰小。

(3) 通过对不同炮制方法对杜仲中有效成分的影响的实验研究, 结果表明, 生品的松脂醇二葡萄糖苷含量均明显低于各炮制品, 这可能是由于生品杜仲中橡胶丝的作用使其有效成分难以溶出, 这为传统的“炒断丝”炮制标准提供了理论依据。

(4) 盐制杜仲中, 松脂醇二葡萄糖苷含量大于清炒法和生品, 这为盐制杜仲的传统方法提供了科学依据。

(5) 通过对不同盐制杜仲方法的比较, 结果表明, 砂炒

田七口服液的制备及临床疗效观察

邱雄泉, 吴俊哲, 吴惠妃

(中山市中医院, 广东 中山 528400)

摘要:目的: 制定田七口服液的制备方法并观察其对闭合性软组织损伤的临床疗效。方法: 药材用4倍量50%的乙醇渗滤, 再按醇提水沉法精制, 制成口服液, 并分别观察对照组和治疗组共1500例闭合性软组织损伤。结果: 本制剂制备工艺可行, 质量可靠。治疗组临床治愈率93.3%, 总有效率99.3%; 而对照组分别为60%、80%, 两组比较均有显著性差异($P < 0.01$)。结论: 本制剂制备工艺简单、可行, 临床疗效显著, 无不良反应, 可推广应用。

关键词: 田七口服液; 制备; 临床疗效

中图分类号: R285

文献标识码: A

文章编号: 1673-2197(2009)02-0051-02

田七口服液是以田七单味药组方, 经现代工艺研制而成的纯中药制剂, 具有散瘀止血、消肿止痛作用。可用于咯血、吐血、衄血、便血、外伤出血、跌打瘀血等症。我院骨科近年来将田七口服液应用于各种闭合性软组织损伤病例, 取得良好效果。现将其制备方法和临床疗效观察结果介绍如下。

1 处方组成

田七: 300g, 砂糖适量, 制成1000mL口服液。

2 制备方法

取田七饮片洗净, 装入不锈钢桶中, 倒入4倍量50%的乙醇, 渗滤, 收集渗滤液, 合并滤出液, 挥去乙醇, 放冷后加入适量蒸馏水, 按醇提水沉法精制, 另将砂糖加蒸馏水煮沸, 加入到精滤液中, 加蒸馏水至足量, 搅拌均匀, 放置24h

杜仲中松脂醇二葡萄糖苷的含量高于不加砂的炮制方法, 这可能是由于砂可以提高炒制温度, 传热也比较均匀, 进而提高了杜仲的断丝率所致。

(6) 盐蒸制杜仲中松脂醇二葡萄糖苷的含量最高, 但是否优于传统的炒制法, 还有待于进一步研究。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005.

后, 过滤, 制成1000mL, 经澄明度检查合格后分装。

3 临床应用

3.1 基本资料

1500例均为我院2002—2004年骨科门诊患者, 采用双盲法随机分为2组。田七口服液治疗组(治疗组)750例, 年龄4~76岁, 平均41.5岁; 男445例, 女310; 平均病程7.8天; 受伤部位: 足踝部147例, 膝部104例, 腕部102例, 腰部88例, 胸肩部85例, 肘部96例, 前臂65例, 小腿63例。消炎痛对照组(对照组)750例, 年龄4~74岁, 平均37.8岁; 男467例, 女288例; 平均病程10.4天; 受伤部位: 足踝部188例, 膝部98例, 肩部68例, 肘部104例, 小腿68例, 髌部87例, 腰部58例, 腕部79例。

[2] 国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草[M]. 上册. 上海: 上海科学技术出版社, 1996.

[3] Charles J Sih, Ravikumar P, Huang Fuchin, et al. Separation and Synthesis of pinoreinol diglucoside moides olive[J]. Am Chem Soc, 1976, 17: 5412.

[4] 李家实. 杜仲皮与叶化学成分初步研究[J]. 中药通报, 1986, 11(8): 41.

[5] 臧友维. 杜仲化学成分研究进展[J]. 中草药, 1989, 20(4): 42-43.

(责任编辑: 陈涌涛)

收稿日期: 2008-12-11

基金项目: 中山市科学计划项目(20082A084)

作者简介: 邱雄泉(1970-), 男, 中山市中医院副主任药师, 研究方向为临床药学及医院药学。