

浸泡程度对川乌炮制品传统质量及生物碱成分的影响

王哲, 谭鹏, 刘红玉, 侯跃飞, 吴月娇, 国伟, 李飞*

(北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

[摘要] **目的:**考察川乌 2010 年版《中国药典》炮制法中“浸泡至内无干心”的科学性。**方法:**制备浸泡不及、适中和太过的川乌浸泡品及其蒸制品, 观察性状, 按 2010 年版《中国药典》方法测定各样品中新乌头碱、乌头碱、次乌头碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱含量。**结果:**浸泡适中炮制品易于切制, 饮片片型平坦, 不易破碎。浸泡使生物碱类成分含量降低, 随浸泡程度加深, 双酯型生物碱总量的降低率分别为 28.7%, 36.8%, 44.9%, 单酯型生物碱总量的降低率分别为 21.8%, 25.5%, 40%。蒸制使双酯型生物碱含量显著降低, 较生品均降低 >98%; 单酯型生物碱含量显著增加, 约为生品 2 倍。**结论:**川乌浸泡至“内无干心”蒸制品中生物碱类成分变化适中, 饮片质量较佳, 川乌浸泡至“内无干心”具有一定科学性。

[关键词] 川乌; 浸泡程度; 新乌头碱; 乌头碱; 次乌头碱; 苯甲酰新乌头原碱; 苯甲酰乌头原碱; 苯甲酰次乌头原碱

[中图分类号] R283.3; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)11-0007-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014110007

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140324.1545.007.html>

[网络出版时间] 2014-03-24 15:45

Influence of Soaking Degree on Shape-property Quality and Ester-type Aconitum Alkaloids of Processed Aconiti Radix

WANG Zhe, TAN Peng, LIU Hong-yu, HOU Yue-fei, WU Yue-jiao, GUO Wei, LI Fei*

(School of Chinese Materia Medica, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate scientificity of “soaked to a certain criterion” for Aconiti Radix which was documented in 2010 edition of “Chinese Pharmacopoeia”. **Method:** One part of Aconiti Radix were soaked to different degrees of below the standard, equal to the standard and above the standard, respectively; another part of Aconiti Radix were cooked after being soaked to different degree; all these sample were checked shape-property quality and determined contents of mesaconitine, aconitine, hyaconitine, benzoylmesaconitine, benzoylaconitine, benzoylhyaconitine. **Result:** These processed products which soaked moderately were cut easily and decoction pieces were smooth and not easy to broken. After being soaked, the content of total alkaloids was reduced, with level of immersion to deepen, reduction rates of contents of three kinds of diester alkaloids were 28.7%, 36.8% and 44.9%, respectively; while reduction rates of three kinds of monoester alkaloids were 21.8%, 25.5% and 40%, respectively. After cooking, contents of three kinds of diester alkaloids decreased remarkably, reduction rate was more than 98% by comparing with raw products; but contents of three kinds of monoester alkaloids increased remarkably, which was about 2 times as many as that in raw products. **Conclusion:** When Aconiti Radix was soaked moderately, change of ester-type aconitum alkaloids in cooked products was moderate with shorter cooking time and good quality of decoction pieces, it was meaningful that Aconiti Radix

[收稿日期] 20130923(006)

[基金项目] 国家中医药行业科研专项项目(201107008); 国家 973 计划中医基础理论专项(2009CB522805)

[第一作者] 王哲, 在读硕士, 从事中药炮制研究, Tel: 15810692721, E-mail: wangzhebetty@163.com

[通讯作者] * 李飞, 教授, 从事中药炮制研究, Tel: 010-84738616, E-mail: lf668@sina.com

should be 'soaked to a certain criterion'.

[**Key words**] Aconiti Radix; soaking degree; mesaconitine; aconitine; hyaconitine; benzoylmesaconitine; benzoylaconitine; benzoylhyaconitine

生川乌有大毒,制川乌有毒,2010 年版《中国药典》中规定制川乌中双酯型生物碱的限量以乌头碱、次乌头碱和新乌头碱的总量计不得过 0.040%,有毒且有效的单酯型生物碱(苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱及苯甲酰新乌头原碱)总量应为 0.070%~0.15%^[1]。历代医家采取水漂、火制、蒸、煮及加辅料制等不同方法对川乌进行炮制^[2-3],但目前仍以水煮、蒸制法为主,较少应用高压蒸制或微波炮制等方法^[4-8]。川乌的众多炮制方法中大部分需加水浸透,李飞等^[5]研究证明浸泡会使川乌总生物碱含量明显降低,时间越长,损失越大,其中酯型生物碱略有降低,但川乌浸泡的科学性等尚未见报道。本实验以传统经验即川乌浸泡至“内无干心”为适中标准,制备不同浸泡程度的样品,按 2010 年版《中国药典》蒸制方法炮制制川乌,比较各炮制品中 6 种生物碱成分的含量差异,为阐明川乌浸泡至“内无干心”的科学性提供参考。

1 材料

1525 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司)。川乌购于四川江油中坝附子科技发展有限公司,经北京中医药大学张贵君教授鉴定为毛茛科植物乌头 *Aconitum carmichaelii* Debx. 的干燥母根;乌头碱、新乌头碱、次乌头碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为 110720-201111, 110798-201106, 110799-201106, 111794-201102, 111795-201002, 111796-201002),乙腈、四氢呋喃为色谱纯,水为娃哈哈纯净水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 炮制品的制备及质量观察

2.1.1 生川乌 取生川乌适量,洗净,干燥,备用。

2.1.2 浸泡样品 取净生川乌适量,加一定量水浸泡,浸泡至“内无干心”为“适中”浸泡程度,记录所需时间,取出,观察性状,晾至六成干,切薄片,干燥,称重,计算收率。减少一半时间的浸泡品为不及品,增加一半时间的浸泡品为太过品,均按上述操作炮制。浸泡适中品断面无干心,易于切制;浸泡不及品断面约有 1/2 干心,切制时出现掉边;浸泡太过品断面无干心,手捏有多余水分渗出,易切碎。浸泡不及品、适中品和太过品的收率分别为 91.3%,89.2%,

86.4%,表明浸泡过程会造成水溶性成分的流失,且随浸泡程度加重而增加。

2.1.3 蒸制品 取上述浸泡至不同程度的样品,以蒸至“内无白心,口尝微有麻舌感”为炮制“适中”程度,取出,记录各样品蒸至“内无白心”所需时间,观察性状,晾至六成干,切薄片,干燥,称重,计算收率。结果发现浸泡不及、适中、太过的川乌制品均内无白心。浸泡适中制品易于切制,不易破碎,饮片片型平坦,质量较佳;浸泡不及制品出现炸心现象;浸泡太过制品易切碎,出现饮片翘边现象。记录浸泡不及品、适制品、太过品蒸制时间分别为 7,6.5,6 h,表明川乌浸泡程度越大,蒸制“内无白心”所用时间越短。

2.2 双酯型生物碱及单酯型生物碱的含量测定^[1]

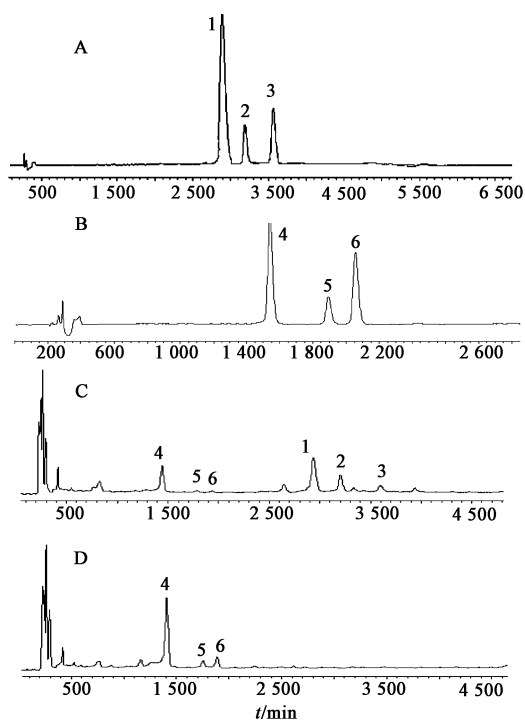
2.2.1 对照品溶液的制备 依次精密称取乌头碱、次乌头碱、新乌头碱、苯甲酰新乌头碱、苯甲酰次乌头碱、苯甲酰乌头碱对照品 10.04, 3.07, 1.88, 1.22, 0.23, 1.15 mg,置于同一量瓶中,加入异丙醇-三氯甲烷(1:1)定容至 10 mL,经 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 分别精密称取各样品粉末(过 3 号筛)2 g,按 2010 年版《中国药典》“川乌”项下含量测定方法制备供试品溶液。

2.2.3 样品测定 按 2010 年版《中国药典》中“川乌”和“制川乌”项下的含量测定方法,分别精密量取对照品溶液和各供试品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪测定,按外标法计算各供试品中新乌头碱、乌头碱、次乌头碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱含量,见图 1 和表 1。结果表明川乌浸泡后双酯型和单酯型生物碱总量均降低,顺序为生品 > 浸泡不及品 > 浸泡适中品 > 浸泡太过品;川乌浸泡后蒸制,3 种双酯型生物碱含量显著降低,而 3 种单酯型生物碱的含量却显著升高。

3 讨论

川乌浸泡至不同程度的蒸制品中单酯型生物碱和双酯型生物碱含量均符合 2010 年版《中国药典》规定。浸泡适中品易于切制,饮片片型较好;浸泡不及品内有干心,质地较硬,不易切制,片型较差;浸泡太过品易发霉,切制过程中川乌易碎,片型卷曲,说明浸泡程度会直接影响制川乌的外观质量。



A, B. 对照品; C. 生川乌; D. 制川乌;

1. 新乌头碱; 2. 次乌头碱; 3. 乌头碱; 4. 苯甲酰新乌头原碱;
5. 苯甲酰乌头原碱; 6. 苯甲酰次乌头原碱

图1 川乌生品及炮制品 HPLC

表1 生川乌及各炮制品中6种生物碱的含量测定($n=2$) %

样品	新乌头碱	次乌头碱	乌头碱	苯甲酰	苯甲	苯甲酰
				新乌头原碱	酰乌头原碱	次乌头原碱
生品	0.043	0.091	0.002	0.050	0.002	0.003
浸泡不及品	0.050	0.042	0.005	0.039	0.002	0.002
浸泡适中品	0.047	0.035	0.004	0.038	0.002	0.001
浸泡太过品	0.033	0.039	0.003	0.030	0.001	0.002
浸泡不及蒸制品	0.001	0.001	-	0.084	0.007	0.020
浸泡适中蒸制品	-	0.002	-	0.073	0.004	0.018
浸泡太过蒸制品	0.001	0.001	-	0.070	0.005	0.014

浸泡过程使川乌中双酯型生物碱和单酯型生物碱总量均降低。浸泡不及品、适中品及太过品种双

酯型生物碱总量的降低率分别为 28.7% , 36.8% , 44.9% , 单酯型生物碱总量的降低率分别为 21.8% , 25.5% , 40.0% , 表明浸泡使川乌中双酯型和单酯型生物碱流失, 且成分流失量随浸泡程度加深而增加, 毒性成分含量减少的同时药效成分亦减少。

蒸制过程使川乌中双酯型生物碱含量显著降低, 单酯型生物碱含量显著增加, 证明蒸制过程使双酯型生物碱水解成单酯型生物碱, 达到减毒存效的目的。浸泡不及品、适中品、太过品蒸至“内无白心”所需时间分别为 7, 6.5, 6 h, 表明浸泡程度是决定后续蒸制工艺操作时间的因素之一。综上分析, 川乌浸泡至适中程度可保证制川乌的内在生物碱含量符合要求, 利于切片, 令饮片外观质量较佳, 且使整个制川乌工艺流程更加合理, 有效减少工时, 节约成本。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 220.
- [2] 叶定江, 原思通. 中药炮制学辞典[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2005: 215.
- [3] 邱启雄. 乌头药材的炮制研究进展[J]. 海峡药学, 2009, 21(12): 104.
- [4] 王孝涛. 历代中药炮制法汇典(古代部分)[M]. 南昌: 江西科学技术出版社, 1998: 35.
- [5] 李飞, 张世臣, 杨蕾, 等. 浸泡时间、加热方式对川乌饮片质量的影响[J]. 北京中医药大学学报, 1995, 18(3): 58.
- [6] 区炳雄, 龚又明, 林华, 等. 川乌微波炮制工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(1): 39.
- [7] 张荣, 方庆. 川乌加压炮制对乌头类生物碱含量的影响研究[J]. 中医药学刊, 2003, 21(1): 156.
- [8] 梁泽华, 尹丽娜, 杨燕, 等. 不同炮制方法对川乌双酯型生物碱含量的影响[J]. 中国现代应用药学杂志, 2009, 26(4): 288.

[责任编辑 刘德文]