

五味子醋制过程中6种木脂素类成分含量变化

高慧*, 佟鑫, 裴启洋, 贾天柱

(辽宁中医药大学药学院, 国家中医药管理局中药炮制原理解析重点实验室,
辽宁省中药炮制工程技术研究中心, 辽宁大连 116600)

[摘要] 目的: 考察醋五味子炮制过程中蒸制及烘制时间对6种木脂素类成分含量的影响, 完善醋五味子的炮制工艺参数。方法: 采用HPLC测定五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素含量, 流动相乙腈(A)-水(B)梯度洗脱(0~17 min, 50% A; 17~25 min, 50%~55% A; 25~30 min, 55%~75% A; 30~55 min, 75% A; 55~65 min, 75%~50% A), 检测波长254 nm。通过单因素试验考察蒸制和烘干时间对醋五味子中木脂素类成分含量的影响。结果: 蒸制及烘制时间对醋五味子中6种木脂素类成分的含量具有一定影响, 最佳炮制工艺为加20%米醋闷润1.5 h, 蒸制3 h, 于50℃烘制11 h; 6种木脂素类成分的质量分数分别为0.524%, 0.151%, 0.085%, 0.125%, 0.185%, 0.046%。结论: 五味子醋制后6种木脂素类成分含量发生了一定变化, 除五味子酯甲含量略有上升外, 其他5种成分含量均略有下降, 但无显著性差异。五味子蒸制后不宜久烘。

[关键词] 五味子; 木脂素类; 醋制工艺; 蒸制时间; 烘干时间

[中图分类号] R283.3; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)19-0032-04

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014190032

Contents Change of Six Kinds of Lignans from Schisandrae Chinensis Fructus in Processing by Vinegar

GAO Hui*, TONG Xin, PEI Qi-yang, JIA Tian-zhu

(College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine (TCM), Key Laboratory of Processing Theory Analysis of State Administration of TCM, Liaoning Provincial Engineering Technology Research Center of TCM Processing, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate effects of steaming time and baking time on contents of six kinds of lignans from Schisandrae Chinensis Fructus in processing by vinegar in order to improve its processing parameters. **Method:** HPLC was employed to determine contents of six kinds of lignans (schizandrol A, schizandrol B, schisantherin A, schizandrin A, schizandrin B and schizandrin C) with mobile phase of acetonitrile (A) -water (B) in gradient elution (0-17 min, 50% A; 17-25 min, 50%-55% A; 25-30 min, 55%-75% A; 30-55 min, 75% A; 55-65 min, 75%-50% A) and detection wavelength at 254 nm. Effects of steaming time and baking time on content of lignans from Schisandrae Chinensis Fructus in vinegar processing were investigated by single factor tests. **Result:** Steaming time and baking time had a certain effects on contents of six kinds of lignans in processing, optimum processing technology was as following: moistened 1.5 h with 20% times the amount of vinegar, steamed 3 h, baked 11 h at 50℃; mass fractions of six kinds of lignans were 0.524%, 0.151%, 0.085%, 0.125%, 0.185% and 0.046%, respectively. **Conclusion:** After being processed with vinegar, in addition to the content of schisantherin A increases slightly, the other five kinds of lignans are down slightly without significant difference. Schisandrae Chinensis Fructus can not bake a long time after being steamed.

[Key words] Schisandrae Chinensis Fructus; lignans; vinegar processing; steaming time; baking time

[收稿日期] 20140108(016)

[基金项目] 国家发改委中医药行业科研专项项目(20110700704)

[通讯作者] *高慧, 副教授, 博士, 硕士生导师, 从事中药炮制原理研究, Tel: 0411-87586011, E-mail: gaohuitcm@163.com

五味子主产于吉林、辽宁、黑龙江等地^[1],味酸、甘,性温,具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心的功效,用于治疗久嗽虚喘、遗尿尿频、心悸失眠等证^[2],主要化学成分包括多糖、挥发油和木脂素类^[3]。其中木脂素类为主要活性成分,具有降酶保肝、增强肝脏解毒功能等作用,常用于肝病的治疗与保健^[4-6]。醋五味子为历版《中国药典》收载的炮制品种,但含量测定时均仅以五味子醇甲为指标性成分,缺乏科学性与全面性;文献关于醋五味子炮制工艺的研究主要选择闷润时间、蒸制时间、加醋量为考察因素,以木脂素类成分含量为指标^[7-10],未考虑烘干时间对木脂素类成分含量的影响。前期研究发现蒸制时间、烘干时间对五味子木脂素类成分的含量影响较大。故本实验以6种木脂素类成分的含量为评价指标,通过单因素试验考察蒸制及烘干时间对醋五味子炮制工艺的影响,为该药味的质量标准建立和工艺参数完善提供参考。

1 材料

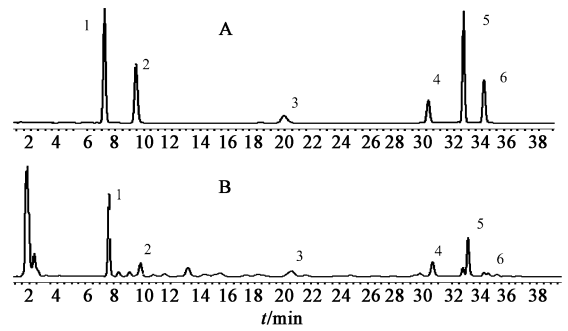
20A型高效液相色谱仪(日本岛津公司),AG285型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司)。五味子药材购自丹东凤城大梨树五味子种植基地,经辽宁中医药大学王冰教授鉴定为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill. 的干燥成熟果实;五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素对照品(批号分别为110857-200709,110543-200708,111529-200503,110764-200609,110765-200710,中国食品药品检定研究院),五味子丙素对照品(批号MUST-11112401,成都曼思特生物科技有限公司),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Thermo120-5-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相乙腈(A)-水(B)梯度洗脱(0~17 min,50% A;17~25 min,50%~55% A;25~30 min,55%~75% A;30~55 min,75% A;55~65 min,75%~50% A),流速1 mL·min⁻¹,检测波长254 nm,柱温35℃,进样量10 μL,见图1。

2.2 供试品溶液的制备 取五味子样品粉末,过60目筛,精密称定0.5 g,置具塞锥形瓶中,精密加入25 mL 甲醇,密塞,称定,超声30 min(功率250 W,频率20 kHz),放冷,称定,加甲醇补足减失的质量,过滤,取续滤液,经0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素、五味子丙素对照品适量,分别置于量瓶中,加甲醇溶解



A. 混合对照品;B. 供试品;1. 五味子醇甲;2. 五味子醇乙;
3. 五味子酯甲;4. 五味子甲素;5. 五味子乙素;6. 五味子丙素

图1 五味子提取液 HPLC

并定容,制成4.42,2.63,2.45,2.22,4.89,4.47 g·L⁻¹的对照品溶液。精密吸取各对照品溶液适量,配成0.442,0.263,0.245,0.222,0.489,0.447 g·L⁻¹的混合对照品溶液,备用。

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察 精密吸取混合对照品溶液0.1,0.3,0.5,0.7,0.9 mL,分别置于10 mL量瓶中,加甲醇定容至刻度,按2.1项下方法测定,以峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,计算回归方程及相关系数,结果见表1。

表1 五味子中6种木脂素类成分含量测定的线性关系考察

成分	回归方程	r	线性范围/mg·L ⁻¹
五味子醇甲	$Y = 294.7X - 25.9$	0.999 8	4.42 ~ 39.78
五味子醇乙	$Y = 254.4X - 13.7$	0.999 8	2.63 ~ 23.67
五味子酯甲	$Y = 193.11X - 21.8$	0.999 8	2.45 ~ 22.05
五味子甲素	$Y = 220.6X - 45.6$	0.999 9	2.22 ~ 19.98
五味子乙素	$Y = 236.6X - 45.6$	0.999 9	4.89 ~ 44.01
五味子丙素	$Y = 115X - 33.7$	0.999 5	4.47 ~ 40.23

2.4.2 精密度试验 取五味子生品适量,按2.2项下方法制备供试品溶液,连续进样6次,计算五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素、五味子丙素峰面积的RSD分别为0.23%,0.17%,0.17%,0.22%,0.16%,0.30%,表明仪器精密度良好。

2.4.3 稳定性试验 取生品五味子,按2.2项下方法制备供试品溶液,分别在0,6,12,18,24 h按2.1项下方法测定,计算五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素、五味子丙素峰面积的RSD分别为0.22%,0.30%,0.11%,0.22%,0.25%,0.11%,表明供试品溶液在24 h内稳定性

良好。

2.4.4 重复性试验 取五味子生品适量,按 2.2 项下方法制备 5 份供试品溶液,按 2.1 项下方法测定,计算五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素、五味子丙素含量的 RSD 分别为 0.19% ,0.11% ,0.24% ,0.19% ,0.30% ,0.16,表明该方法重复性良好。

2.4.5 加样回收率 考察精密称取已知 6 种木脂素类成分含量的五味子样品粉末约 0.25 g,共 9 份,等分为 3 组,分别加入混合对照品溶液 0.8,1.0,1.2 mL,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项

下方法测定,计算五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素的加样回收率(RSD)分别为 102.03% (0.50%) ,101.04% (1.20%) ,99.85% (1.73%) ,100.51% (0.85%) ,100.81% (1.91%) ,102.59% (1.53%)。

2.5 单因素试验考察

2.5.1 烘干时间 取生五味子 20 g,加入米醋 4 g,闷润 1.5 h,蒸制 3 h^[10],放入 50 °C 烘箱中分别烘制 7,9,11,13,15,17,19 h 取出,每个样品 3 份,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下方法测定,结果见表 2。

表 2 不同烘干时间对五味子中 6 种木脂素类成分含量的影响 %

成分	7 h	9 h	11 h	13 h	15 h	17 h	19 h
五味子醇甲	0.466 3	0.451 7	0.556 5	0.486 8	0.449 0	0.443 2	0.559 4
五味子醇乙	0.129 8	0.119 9	0.142 8	0.134 7	0.123 7	0.123 4	0.145 9
五味子酯甲	0.094 2	0.092 1	0.113 0	0.090 0	0.089 1	0.087 4	0.107 4
五味子甲素	0.103 8	0.108 3	0.132 1	0.111 5	0.107 9	0.098 8	0.013 2
五味子乙素	0.168 4	0.159 2	0.193 4	0.186 6	0.169 5	0.1701	0.204 2
五味子丙素	0.054 4	0.044 1	0.049 9	0.056 4	0.046 2	0.047 7	0.060 5
总和	1.016 9	0.975 3	1.187 7	1.066 0	0.985 4	0.970 6	1.090 6

2.5.2 蒸制时间 取生五味子 20 g,加入米醋 4 g,闷润 1.5 h,分别蒸制 1,2,3,4,5 h,每个样品 3 份,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下方法测定,结果见表 3。

表 3 不同蒸制时间对五味子中 6 种木脂素类成分含量的影响 %

成分	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h
五味子醇甲	0.453 9	0.459 7	0.470 8	0.449 3	0.413 0
五味子醇乙	0.120 2	0.118 4	0.136 0	0.131 5	0.113 5
五味子酯甲	0.084 1	0.099 9	0.100 4	0.093 8	0.083 5
五味子甲素	0.110 8	0.106 5	0.114 0	0.109 5	0.096 8
五味子乙素	0.165 7	0.174 2	0.177 2	0.179 9	0.157 6
五味子丙素	0.043 7	0.046 5	0.051 5	0.059 2	0.046 8
总和	0.978 4	1.005 2	1.049 9	1.023 2	0.911 2

2.5.3 样品测定 取生五味子 20 g,加入米醋 4 g,闷润 1.5 h,蒸制 3 h,放入 50 °C 烘箱中烘制 11 h,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下方法测定,结果五味子醇甲、五味子醇乙、五味子酯甲、五味子甲素、五味子乙素和五味子丙素质量分数分别为 0.524% , 0.151% , 0.085% , 0.125% , 0.185% , 0.046% ;生品中则依次为 0.586% , 0.177% , 0.084% ,0.132% ,0.256% ,0.055% 。

3 讨论

五味子为常用补益药^[11],生品经醋制后可增强酸涩收敛作用,用于咳嗽、遗精、泄泻^[12]。本文研究发现五味子经炮制后 6 种木脂素类成分含量发生了一定变化,除五味子酯甲含量略有上升外,其他 5 种成分含量均略有下降,但无显著性差异,推测生制品的药理作用不同可能是由于木脂素类组分改变而引起的。单因素试验考察显示蒸制 3 h 时,指标性成分含量最高,与文献[10]由于指标选择较少得到蒸制 5 h 为最佳炮制工艺的结论有所出入;烘制 11 h 为最佳时间,超过 11 h 木脂素含量反而有所下降,提示五味子醋蒸后不宜久烘。

[参考文献]

[1] 李家实. 中药鉴定学[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:377.

[2] 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,2010:61.

[3] 官艳丽,曹沛,郁开北,等. 北五味子化学成分的研究[J]. 中草药,2006,37(2):185.

[4] 高晔,徐美术,顾文涛. 五味子提取物对小鼠免疫性肝损伤保护作用的实验研究[J]. 中国中医药科技,2003,10(3):133.

淫羊藿压制前后不同时间点煎煮效率比较

王聪颖¹, 贺宝莹¹, 唐安玲¹, 宋英^{2*}, 朱聪²

(1. 成都中医药大学, 成都 610075; 2. 成都中医药大学附属医院, 成都 610072)

[摘要] **目的:**比较淫羊藿压制前后不同时间点的煎煮效率。**方法:**采用传统煎煮法,以淫羊藿苷和干膏收率为综合评价指标,比较淫羊藿压制饮片和传统饮片在不同时间点的溶出情况并进行 f_2 相似因子考察。**结果:**在不同时间点淫羊藿压制饮片的干膏收率和淫羊藿苷煎出总量均比普通饮片略高,但并无显著差异, $f_2 = 97$,在煎煮60 min时,淫羊藿苷煎出量分别为4.101, 3.498 mg·g⁻¹。**结论:**淫羊藿压制饮片不影响有效成分的溶出,可保证汤剂煎煮质量,为中药传统饮片应用形式的创新提供新思路。

[关键词] 淫羊藿; 压制饮片; 煎煮效率; 淫羊藿苷

[中图分类号] R283.3; R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)19-0035-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014190035

Comparison of Efficiency of Compressed Pieces and Traditional Pieces of Epimedii Folium in Different Decoction Times

WANG Cong-ying¹, HE Bao-ying¹, TANG An-ling¹, SONG Ying^{2*}, ZHU Cong²

(1. Chengdu University of Traditional Chinese Medicine (TCM), Chengdu 610075, China;

2. Teaching Hospital of Chengdu University of TCM, Chengdu 610072, China)

[Abstract] **Objective:** To compare decoction efficiency of compressed pieces and traditional pieces of Epimedii Folium in different time points. **Method:** Traditional decoction extraction was adopted, taking the content of icariin and dry extract yield as comprehensive evaluation index, decoction efficiency of traditional pieces and compressed pieces in different times was compared and f_2 similarity factor evaluation was investigated. **Result:** The content of icariin and dry extract yield in compressed pieces were a little higher than traditional pieces in the single decoction and compound decoction without significant difference, $f_2 = 97$, their decocting amount of icariin

[收稿日期] 20140113(001)

[基金项目] 四川省科技计划项目(2011SZ0311)

[第一作者] 王聪颖,在读硕士,从事中药新制剂研究,Tel:13438021064,E-mail:congying761@126.com

[通讯作者] *宋英,主任药师,硕士生导师,从事中药炮制与制剂研究,Tel:028-87783735,E-mail:songying624@163.com

- [5] 韩景兰,李晓萍,刘翠红.保肝中药研究进展[J].中医药信息,2001,18(2):22.
- [6] 蔡绍先,陈玮莹,吴健谊,等.五味子提取物对CCl₄中毒大鼠肝超微结构的保护作用[J].癌变·畸变·突变,2010,22(1):52.
- [7] 肖刚,熊富良,张良,等.高效液相色谱法测定五酯分散片中五味子酯甲含量[J].中国医院药学杂志,2007,27(10):1485.
- [8] 蒲宇红,王晓义,李国昌.正交设计优选醋制五味子的炮制工艺[J].中国药师,2007,10(2):186.
- [9] 马晓蕾,贾天柱.五味子炮制工艺研究[J].辽宁中医药大学学报,2006,8(4):123.
- [10] 陆兔林,马新飞,苏丹,等.醋蒸五味子炮制工艺研究[J].中药材,2006,29(12):1283.
- [11] 佟鑫,高慧,贾天柱.五味子炮制研究进展[J].中国中医药信息杂志,2013,10(3):104.
- [12] 周进东,陆兔林,毛春芹,等.HPLC测定五味子不同炮制品中6种木脂素类成分的含量[J].中国药杂志,2013,20(11):110.

[责任编辑 刘德文]