

## 金银花压制饮片和传统饮片的比较

宋英<sup>1\*</sup>, 盛蓉<sup>1</sup>, 陈佳<sup>2</sup>, 袁强华<sup>2</sup>, 朱璐璐<sup>2</sup>

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

**[摘要]** **目的:**对金银花压制饮片和传统饮片进行比较研究。**方法:**从外观和 TLC 鉴别对金银花压制饮片和传统饮片进行对比;以绿原酸含量和干膏率为指标,对金银花压制饮片和传统饮片的煎煮溶出情况及二者在复方银翘散中煎煮溶出情况进行对比;对压制饮片和传统饮片的绿原酸溶出曲线进行对比,并进行  $f_2$  相似因子比较。**结果:**金银花压制饮片外观形态良好;压制饮片和传统饮片 TLC 斑点清晰、分离度好;在单味饮片和复方银翘散的煎煮中,压制饮片干膏率和绿原酸提取量均略高于普通饮片; $f_2$  相似因子比较表明压制饮片和传统饮片溶出行为相似。**结论:**金银花经压制后未改变药材质量,不影响金银花绿原酸成分的煎煮溶出,可保证汤剂煎煮质量。

**[关键词]** 金银花压制饮片; 传统饮片; 绿原酸; 相似因子

**[中图分类号]** R283.6, R282.4, R283.3 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)16-0024-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013160024

## Comparison of Compressed Pieces and Traditional Pieces of *Lonicera japonica*

SONG Ying<sup>1\*</sup>, SHENG Rong<sup>1</sup>, CHEN Jia<sup>2</sup>, YUAN Qiang-hua<sup>2</sup>, ZHU Lu-lu<sup>2</sup>

(1. Teaching Hospital of Chengdu University of Traditional Chinese Medicine (TCM), Chengdu 610072, China;  
2. Chengdu University of TCM, Chengdu 610075, China)

**[Abstract]** **Objective:** To do a comparative study of compressed pieces and traditional pieces of *Lonicera japonica*. **Method:** Appearance and TLC identification had been used to compare compressed pieces and traditional pieces of *L. japonica*. With the content of chlorogenic acid and dry extract rate as indexes to compare decoction quality between compressed pieces and traditional pieces of *L. japonica* in honeysuckle decoction and Yinqiao powders. Then dissolution curve of chlorogenic acid between compressed pieces and traditional pieces of *L. japonica* was compared, and  $f_2$  similarity factor evaluation was adopted. **Result:** Appearance of compressed pieces was good, TLC identification of compressed pieces and traditional pieces of *L. japonica* was distinct and highly specific. The content of chlorogenic acid and dry extract rate in compressed pieces were a little higher than traditional pieces in honeysuckle decoction and Yinqiao powders. Dissolution behavior was similar between compressed pieces and traditional pieces through contrast of  $f_2$  similarity factor. **Conclusion:** Quality of *L. japonica* did not change after compressed, which didn't affect dissolution of chlorogenic acid, and could ensure boiling quality of decoction.

**[Key words]** compressed pieces of *Lonicera japonica*; traditional pieces; chlorogenic acid; similarity factor

压制饮片是一种新专利技术,可大大缩小饮片

体积,适宜机械化生产,有利于后期包装和调剂,同时解决了花类、全草类、叶类及部分质轻或不规则饮片,因密度小、流动性差、体积大而增加饮片生产、包装、贮藏、运输、调剂等环节中存在困难<sup>[1-2]</sup>。金银花为花类药材,由于密度较小、流动性差,普通饮片不利于定量包装和药房调剂。银翘散由连翘、银花、苦桔梗、薄荷、竹叶、生甘草、芥穗、淡豆豉和牛蒡子

**[收稿日期]** 20130109(032)

**[基金项目]** 四川省科技计划项目(2011SZ0311)

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

组成,源于《温病调辨》卷一,具有辛凉透表、清热解毒的功效,临床主要用于治疗风热感冒,发热头痛。本实验选用金银花为研究对象,比较金银花压制饮片与传统饮片的外观、煎煮质量及有效成分溶出,为压制饮片的质量标准研究提供参考。

## 1 材料

HP1100型高效液相色谱仪(美国惠普),BP211D型分析天平(德国赛多利斯),LS100型中药饮片压制机(成都力士液压制造有限公司)。

绿原酸(中国药品生物制品检定所,批号110753-200913),金银花(购自四川省中药饮片有限责任公司,经成都中医药大学药鉴教研室严铸云教授鉴定为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾,产地四川),水为重蒸馏水,乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 外观比较研究** 金银花经压制后,饮片外观形态良好,压缩后体积相对传统饮片减小显著。

**2.2 TLC鉴别<sup>[3]</sup>** 分别取金银花压制饮片和传统饮片适量,粉碎过3号筛,取粉末约0.2 g,加甲醇5 mL,放置12 h,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取绿原酸对照品,加甲醇制成 $1\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。照TLC《中国药典》2010年版一部附录VIB试验,吸取供试品溶液、对照品溶液各10  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶H薄层板上,以乙酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视,结果银花压制饮片和传统饮片的供试品溶液,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

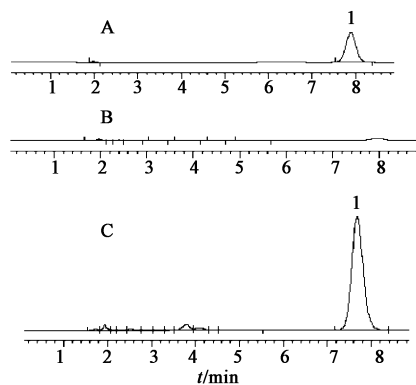
### 2.3 绿原酸含量测定<sup>[3-5]</sup>

**2.3.1 色谱条件** 流动相乙腈-0.4%磷酸溶液(13:87),流速 $1.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ,检测波长327 nm,柱温 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。理论塔板数按绿原酸峰计算不低于1 000,见图1。

**2.3.2 对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成 $0.072\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液,于 $<4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中存放,备用。

**2.3.3 供试品溶液的制备** 按银翘散(缺连翘)处方比例称取药材,加水煎煮2次,第1次加10倍量水浸泡30 min,煎煮15 min,滤过,第2次加8倍量水煎煮10 min,滤过,合并滤液,加水定容至1 500 mL,作为银翘散溶液。精密吸取该溶液10 mL,置于25 mL棕色量瓶中,用50%甲醇定容,摇匀,即得。

**2.3.4 阴性样品溶液的制备** 按2.3.3项下方法



A. 对照品; B. 阴性样品; C. 供试品; 1. 绿原酸

图1 复方银翘散(缺连翘)HPLC

制备缺金银花阴性样品溶液。

**2.3.5 标准曲线的制备** 精密吸取绿原酸对照品溶液2, 4, 6, 8, 10, 12  $\mu\text{L}$ 进样,分别按2.3.1项下色谱条件测定,记录峰面积,以绿原酸峰面积为纵坐标,进样量为横坐标,得回归方程 $Y = 1\ 301.5X + 2.82$  ( $r = 0.999\ 99$ ),表明绿原酸进样量在0.144 ~ 0.864  $\mu\text{g}$ 与峰面积呈良好线性关系。

**2.3.6 精密度试验** 取绿原酸对照品溶液10  $\mu\text{L}$ ,连续进样6次,测定,结果绿原酸峰面积的RSD 0.102%,表明仪器精密度良好。

**2.3.7 稳定性试验** 取同一供试品溶液,分别于0, 2, 4, 6, 8 h进样,记录峰面积,结果绿原酸峰面积的RSD 0.202%,表明供试品溶液在8 h内稳定。

**2.3.8 重复性试验** 精密吸取样品液6份,每份10 mL,按2.3.3项下方法制备供试品溶液,测定,结果绿原酸含量的RSD 0.747%,表明该方法重复性良好。

**2.3.9 加样回收率试验** 精密量取已知含量的样品溶液3 mL(绿原酸 $0.318\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ )至25 mL棕色量瓶中,共6份,分别精密加入绿原酸对照品( $0.374\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ )3 mL,加甲醇定容,摇匀,按2.3.3项下方法制备供试品溶液,测定,计算平均回收率99.87%,RSD 2.55%。

**2.4 单味饮片煎煮质量比较** 分别称取金银花压制前、后饮片各3份,每份30 g,分别加水煎煮2次。第1次加20倍量水浸泡30 min,煎煮15 min,滤过;第2次加15倍量水煎煮10 min,滤过,合并滤液,加水定容至800 mL,备用。精密吸取供试品溶液50 mL,置已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥3 h,置干燥器中冷却30 min,迅速精密称定质量,结果传统饮片、压制饮片干膏率分别为( $35.31 \pm 0.247$ )%, ( $38.87 \pm 0.680$ )%。精密吸取第1煎和

第 2 煎供试品溶液各 10 mL, 分别置 25 mL 棕色量瓶中, 加甲醇定容, 摇匀, 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过, 取续滤液, 进样, 按 2.3.1 项下色谱条件测定, 结果传统饮片、压制饮片中绿原酸提取量分别为  $(36.44 \pm 0.287)$ ,  $(38.02 \pm 0.819)$   $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  ( $n = 3$ )。试验结果表明, 金银花饮片压制后干膏率和绿原酸提取量均比压制前略高, 且差异显著。

**2.5 复方银翘散中的煎煮质量比较** 按银翘散(缺连翘)处方比例称取药材, 其中, 金银花分别选取压制前、后饮片, 各 3 份, 按 2.3.3 项下方法煎煮, 加水定容至 1 500 mL, 作为银翘散供试品溶液。分别精密吸取各银翘散供试品溶液 10 mL, 分别置于 25 mL 棕色量瓶中, 用 70% 甲醇定容, 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过, 取续滤液进样, 按 2.3.1 项下色谱条件测定, 结果绿原酸提取量分别为  $(38.63 \pm 0.533)$ ,  $(39.21 \pm 0.855)$   $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。精密吸取上述第 1 煎和第 2 煎银翘散溶液各 50 mL, 分别置已恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 于 105  $^{\circ}\text{C}$  干燥 3 h, 置干燥器中冷却 30 min, 迅速精密称定质量, 结果干膏率依次为  $(25.12 \pm 0.659)\%$ ,  $(26.13 \pm 0.591)\%$  ( $n = 3$ ), 表明金银花压制饮片的干膏率和绿原酸提取量均较普通饮片略高, 但无统计学差异。

**2.6 绿原酸溶出曲线比较<sup>[6-9]</sup>** 采用回流提取法, 以绿原酸为评价指标, 考察金银花压制饮片和传统饮片于不同提取时间的绿原酸含量, 进行  $f_2$  相似因子比较。分别取压制前、后金银花饮片各 50 g, 置斜三口圆底烧瓶中, 加水 1 L, 回流提取, 分别在 3, 6, 9, 18, 30, 45, 60 min 取药液 10 mL, 同时补加同温介质 10 mL。将取出的药液过滤, 放冷, 分别精密吸取 5 mL 置 25 mL 棕色量瓶中, 加甲醇定容, 摇匀, 经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 按 2.3.1 项下色谱条件测定绿原酸含量, 结果传统饮片于不同时间点时绿原酸质量浓度分别为  $(34.31 \pm 0.523)$ ,  $(34.58 \pm 0.125)$ ,  $(35.26 \pm 0.287)$ ,  $(35.28 \pm 0.120)$ ,  $(36.77 \pm 0.92)$ ,  $(37.03 \pm 0.289)$ ,  $(37.13 \pm 0.540)$   $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ , 压制饮片则依次为  $(37.51 \pm 0.745)$ ,  $(37.54 \pm 0.288)$ ,  $(37.58 \pm 0.210)$ ,  $(38.28 \pm 0.110)$ ,  $(38.83 \pm 0.67)$ ,  $(39.82 \pm 0.278)$ ,  $(39.92 \pm 0.421)$   $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$  ( $n = 3$ ), 表明压制饮片绿原酸含量在不同提取时间均略高于传统饮片, 且差异显著。

采用相似因子  $f_2$  法能量化比较溶出曲线的相似性。

$$f_2 = 50 \lg \left\{ \left[ 1 + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (R_i - T_i)^2 \right]^{0.5} \times 100 \right\}$$

式中  $f_2$  为相似因子,  $n$  为取样时间点数目,  $R_i$  为  $t$  时间样品 1 的累积溶出率;  $T_i$  为  $t$  时间样品 2 的累积溶出率。  $f_2$  取值范围 0 ~ 100, 其值越大, 则两条曲线的相似性越高, 如果 2 条溶出曲线的  $f_2 \geq 50$ , 则认为 2 条溶出曲线相似。通过比较压制饮片和传统饮片溶出曲线的相似性, 结果  $f_2 = 77.909$ , 表明压制饮片和传统饮片溶出行为相似。

### 3 讨论

中药压制饮片是针对制约定量小包装推广和中药饮片行业发展瓶颈的现状, 自主创新研发出一种新型压制中药饮片, 在不改变饮片外观形状及内在质量、不添加任何辅料条件下, 将饮片制成一定形状, 用适当包装材料封装, 由配方药师直接调配无需称量的一种饮片包装方式, 已获国家实用新型专利, 目前四川部分医院已应用于临床。

金银花单味药及复方银翘散中金银花压制后的干膏率、绿原酸提取量均较压制前略高, 溶出速率有所提高, 可能是由于饮片压制后, 加大了花草叶的比重, 使此类中药较易浸入水中, 避免了花草叶的漂浮, 有利于浸润和成分溶出, 达到中医汤剂煎煮中“药力共出”的要求。

### [参考文献]

- [1] 谢海洲. 传统中药的精制与改革之我见[J]. 中医药学刊, 2003, 21(2): 177.
- [2] 卜训生. 小包装中药饮片调剂的优势及存在问题[J]. 北京中医药, 2008, 27(7): 554.
- [3] 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: 205.
- [4] 辛华, 丰杰, 程若敏, 等. HPLC 测定不同产地金银花中绿原酸和木犀草苷[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(2): 60.
- [5] 薛志平, 王金梅, 刘杰, 等. 初速均速法预测金银花的有效期[J]. 中国中药杂志, 2012, 37(21): 3179.
- [6] 谢沐风. 溶出曲线相似性的评价方法[J]. 中国医药工业杂志, 2009, 40(4): 308.
- [7] 王昕, 唐素芳, 高立勤. 溶出曲线相似性的两种评价方法[J]. 天津药学, 2011, 23(1): 53.
- [8] 辛蕊华, 罗永江, 郑继方, 等. 根黄分散片处方工艺及体外溶出度的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(16): 1.
- [9] 李士勇, 金幼兰, 刘春海, 等. 常见芳香类后下中药煎煮条件的试验[J]. 中国实验方剂学杂志, 1997, 3(5): 49.

[责任编辑 全燕]