

# 药材粉碎度、浸泡时间对十一方药酒 人参皂苷 $R_{g_1}$ 含量和总固体量的影响

莫小林, 伍小燕\*, 龚敏阳, 马儒清, 陈晓明  
(广西中医药大学第一附属医院, 南宁 530023)

**[摘要]** 目的: 考察药材粉碎度、浸泡时间对十一方药酒中人参皂苷  $R_{g_1}$  含量和总固体量的影响。方法: 采用 HPLC 测定人参皂苷  $R_{g_1}$  含量, 考察十一方药酒药材粉碎成粗颗粒、最粗粉、粗粉及浸泡不同时间对人参皂苷  $R_{g_1}$  含量和总固体量的影响。结果: 药材粉碎成粗颗粒制备的十一方药酒中人参皂苷  $R_{g_1}$  含量最高, 粉碎成粗颗粒浸泡 6 个月和粉碎成粗颗粒浸泡 8 个月的总固体量相近, 无显著性差异。结论: 十一方药酒以粉碎成粗颗粒浸泡 6 个月为佳。

**[关键词]** 十一方药酒; 粉碎度; 浸泡时间; 人参皂苷  $R_{g_1}$ ; 总固体量

**[中图分类号]** R283.6, R282.4 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)16-0032-03

**[doi]** 10.11653/syjf2013160032

**[收稿日期]** 20130226(007)

**[基金项目]** 广西壮族自治区中医药管理局自筹经费科研项目(gzcc1013)

**[第一作者]** 莫小林, 学士, 副主任中医师, 从事制剂开发和质量标准研究, Tel:0771-5645433, E-mail:moxiaolin@163.com

**[通讯作者]** \* 伍小燕, 学士, 主任中医师, 从事中药鉴定和质量标准研究, Tel:0771-5848631, E-mail:yxbwxy@163.com

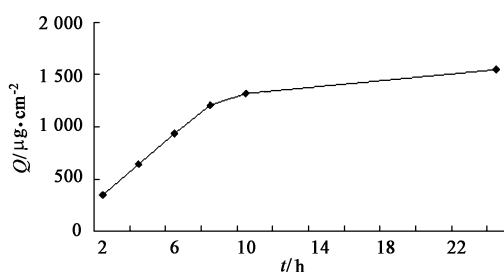


图 3 芳樟醇累积渗透量曲线

接收液筛选曾对比了 10% 乙醇、20% 乙醇、30% 乙醇、生理盐水及 PBS 等溶液, 结果发现绿原酸和芳樟醇均在 10% 乙醇溶液作为接收液时具有较好的药物透过率, 高体积分数乙醇不再利于从接收液中萃取芳樟醇, 低体积分数乙醇还能防止试验过程中皮肤的腐烂。选取乙酸乙酯为萃取溶剂, 是因为其对芳樟醇溶解度较好, 且回收率较高, 有利于 GC 测定<sup>[9]</sup>。

## [参考文献]

[1] 周军, 何飞, 韦桂宁, 等. 银胡感冒海绵剂解热、抗炎、镇痛作用的实验研究[J]. 中国药师, 2010, 13(8):1078.

[2] 周军, 何飞, 韦桂宁, 等. 银胡感冒海绵剂主要药效学实验研究[J]. 时珍国医国药, 2011, 22(7):1651.

[3] 陈绍华, 王亚琴, 罗立新. 天然产物绿原酸的研究进展[J]. 食品科技, 2008, 33(2):195.

[4] 刘布鸣, 赖茂祥, 梁凯妮, 等. 岗松油的质量分析研究[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(6):539.

[5] 葛克亚, 杜茂波, 刘淑芝, 等. 万通筋骨喷雾剂的体外经皮渗透效果考察[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(5):1.

[6] 李磊, 陈军, 蔡宝昌, 等. pH 对马钱子碱经皮吸收性质与抗炎作用的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(14):1.

[7] 陈锋, 姜平川, 李嘉. 高效液相色谱法测定银胡感冒海绵剂中绿原酸的含量[J]. 中国民族民间医药, 2010, 19(7):28.

[8] 袁小红, 袁雪妹, 范瑞强. 香莲软膏剂体外透皮试验[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 8(11):10.

[9] 梁凯妮, 刘布鸣, 林霄. 气相色谱法测定岗松油中芳樟醇的含量[J]. 药物分析杂志, 2006, 26(2):242.

[责任编辑 仝燕]

# Effects of Grinding Degree of Medicinal Materials and Soaking Time on Ginsenoside $R_{g_1}$ Content and Total Solid Content in Shiyifang Vinum

MO Xiao-lin, WU Xiao-yan\*, GONG Min-yang, MA Ru-qing, CHEN Xiao-ming

(The First Affiliated Hospital of Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530023, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate effects of different grinding degree of medicinal materials and soaking time on ginsenoside  $R_{g_1}$  content and total solid content in Shiyifang vinum. **Method:** With ginsenoside  $R_{g_1}$  as index, which was determined by HPLC, ginsenoside  $R_{g_1}$  content and total solid content changes in Shiyifang vinum were investigated after soaked different time (4, 6, 8 months) and crushed into coarse particles (5-10 mm), the most coarse powder (2 mm), coarse powder (0.85 mm). **Result:** After medicinal materials were crushed into coarse particles, the content of ginsenoside  $R_{g_1}$  was the highest in Shiyifang vinum. Total solid content was similar between crushed into coarse particles, immersed 6 months and crushed into coarse particles, immersed 8 months, there was no significant difference. **Conclusion:** Quality of Shiyifang vinum was good by crushing medicinal materials into coarse particles and soaking 6 months.

**[Key words]** Shiyifang vinum; grinding degree; soaking time; ginsenoside  $R_{g_1}$ ; total solid content

十一方药酒为我院制剂室的研发品种,由重楼、三七、红花、煅自然铜、乳香、秦艽、没药、续断、大黄、制马钱子等 20 味中药组成,具有活血散瘀、舒筋活络、消肿止痛、祛风除湿等作用,临床用于跌打扭伤、各种骨折、风湿骨痛等症,疗效显著。方中三七为君药,有效成分为皂苷类,其中以人参皂苷  $R_{g_1}$ 、人参皂苷  $R_{b_1}$  含量最高<sup>[1]</sup>。在成药制备过程中,中药有效成分的浸出与扩散面积(粉碎度)和扩散时间有关<sup>[2-3]</sup>。杨凯等<sup>[4]</sup>测定红参中人参皂苷  $R_{g_1}$  含量时发现,微米红参中人参皂苷  $R_{g_1}$  的含量显著高于普通粉与切片。本实验选用不同粉碎度的中药材和不同浸泡时间制备十一方药酒,测定十一方药酒中人参皂苷  $R_{g_1}$  含量和药酒的总固体量,为十一方药酒的工业生产提供理论依据。

## 1 材料

DGU-20A5 型高效液相色谱仪 (SPD-20A 型紫外检测仪,日本岛津),GH-252 型电子分析天平(广州市艾安得仪器有限公司),CD-UPT-II-10L 型超纯水制造系统(成都越纯科技有限公司)。

人参皂苷  $R_{g_1}$  对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110703-201027,纯度 96.3%),十一方药酒(100 mL/瓶,自制),乙腈、甲醇、磷酸为色谱纯,水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** WondaSil  $C_{18}$  Superb 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5  $\mu$ m),流动相乙腈-0.05% 磷酸水溶

液(22:78),检测波长 205 nm,流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,进样量 20  $\mu$ L,柱温 30  $^{\circ}$ C,理论塔板数按人参皂苷  $R_{g_1}$  计算应不低于 5 000。

**2.2 样品制备** 按处方比例称取十一方药酒组方各药材,每味药材 27 批,分为 3 份(每份 9 批),分别粉碎成粗颗粒(花生粒大小,5 ~ 10 mm)、最粗粉(2 mm)、粗粉(0.85 mm),不同粉碎度的 9 批药粉分成 3 组,每组 3 批,分别用处方量 50  $^{\circ}$ C 白酒常温下密闭浸泡 4,6,8 个月,每半个月搅拌 1 次,每次 10 min,样品用两层纱布过滤,即可。

### 2.3 溶液制备

**2.3.1 对照品溶液** 精密称取人参皂苷  $R_{g_1}$  对照品 2.1 mg 置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解并定容,即得。

**2.3.2 供试品溶液** 精密吸取各批次十一方药酒样品 3.0 mL,水浴蒸干至无醇味,加水 15 mL 溶解,过滤,滤液用乙醚萃取 2 次,每次 10 mL,弃去乙醚液,水溶液用水饱和的正丁醇萃取 3 次,每次 8 mL,合并正丁醇液,超声处理 30 min,用 5% NaOH 溶液洗涤 2 次,每次 10 mL,正丁醇液水浴蒸干,残渣用甲醇溶解于 25 mL 量瓶中,摇匀,0.45  $\mu$ m 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

**2.4 标准曲线绘制** 精密吸取人参皂苷  $R_{g_1}$  对照品溶液各 0.1,0.4,0.8,1.2,1.6,2.0 mL,置 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,各进样 20  $\mu$ L( $n=3$ ),以质量浓度为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,得回

归方程  $Y = 3\ 237X + 323.41$  ( $r = 0.999\ 8$ ), 线性范围  $2.1 \sim 42.0\ \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

**2.5 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各  $20\ \mu\text{L}$  注入液相色谱仪, 测定人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量, 采用 PEMS 3.1 软件处理数据, 结果见表 1。表明粉碎成粗颗粒的十一方药酒中人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量最高, 各浸泡时间无显著性差异; 粉碎成最粗粉和粗粉的十一方药酒中人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量只有粉碎成粗颗粒的一半, 且具有显著统计学意义; 说明药材粉碎度会影响人参皂苷  $\text{Rg}_1$  的浸出, 粉碎过细含量反而下降。

表 1 不同粉碎度药材的十一方药酒中人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量比较 ( $\bar{x} \pm s, n = 3$ ) mg/瓶

浸泡时间 / 月	粗颗粒	最粗粉	粗粉
4	$24.01 \pm 0.749\ 4$	$10.44 \pm 0.386\ 4^{1)}$	$10.47 \pm 0.776\ 5^{1)}$
6	$25.03 \pm 0.926\ 5$	$11.82 \pm 0.257\ 8^{1)}$	$12.32 \pm 0.431\ 2^{1)}$
8	$23.81 \pm 0.280\ 2$	$11.00 \pm 0.164\ 4^{1)}$	$10.58 \pm 0.387\ 7^{1)}$

注: 与粗颗粒比较<sup>1)</sup>  $P < 0.01$ 。

**2.6 总固体量测定** 精密量取各样品溶液  $50\ \text{mL}$ , 置已干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴上蒸干, 于  $105\ ^\circ\text{C}$  干燥  $3\ \text{h}$ , 移至干燥器中, 冷却  $30\ \text{min}$ , 迅速精密称定质量, 计算总固体量<sup>[5]</sup>。采用 PEMS3.1 软件处理数据, 结果见表 2。表明与粉碎成粗颗粒浸泡 4 个月的十一方药酒比较, 粉碎成粗颗粒且浸泡 8 个月的十一方药酒总固体量最高, 且具有显著性差异; 粉碎成最粗粉和粗粉的十一方药酒总固体量均较低, 各批次药酒与粉碎成粗颗粒浸泡 4 个月的十一方药酒比较均具有显著统计学意义。粉碎成粗颗粒浸泡 6 个月和粉碎成粗颗粒浸泡 8 个月的总固体量相差不大, 无统计学意义。

表 2 各批次药材不同粉碎度的十一方药酒中总固体量比较 ( $\bar{x} \pm s, n = 3$ ) g

浸泡时间	粗颗粒	最粗粉	粗粉
4	$1.441\ 0 \pm 0.016\ 4$	$0.953\ 7 \pm 0.028\ 9^{1)}$	$0.993\ 7 \pm 0.018\ 8^{1)}$
6	$1.696\ 9 \pm 0.013\ 6^{1)}$	$1.050\ 9 \pm 0.024\ 4^{1)}$	$1.026\ 9 \pm 0.015\ 2^{1)}$
8	$1.700\ 5 \pm 0.012\ 4^{1)}$	$1.010\ 2 \pm 0.013\ 8^{1)}$	$1.001\ 8 \pm 0.014\ 3^{1)}$

注: 与粗颗粒浸泡 4 个月比较<sup>1)</sup>  $P < 0.01$ 。

### 3 讨论

影响中药浸出的因素包括浸出工艺、药材本身性质及所含成分等。浸出时间与药材有效成分的浸出量一般成正比关系, 当经过一定时间扩散达平衡

后, 时间不再影响浸出<sup>[6]</sup>。报道称在不同粉碎度的三七体外溶出和人工胃液试验中, 三七粒度不同总皂苷溶出度不同<sup>[7-8]</sup>。司南等<sup>[9]</sup>测定六味地黄中丹皮酚含量发现超微粉碎能增加有效成分的溶出。杨丽玲等<sup>[10-11]</sup>研究不同粉碎度对人参皂苷 3 种不同单体提取率的影响发现, 药材粉碎越细人参皂苷  $\text{Rg}_1$  提取率越高, 但浸泡时间对人参皂苷  $\text{Rg}_1$  无影响。通过考察不同粉碎度和浸泡时间对十一方药酒中人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量及总固体量的影响发现, 粉碎成粗颗粒较粉碎成最粗粉和粗粉的人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量及总固体量高。原因可能是微粉粒子与粒子间空隙减少, 影响溶剂渗入药材, 不利于有效成分的浸出。十一方药酒中各批次药材浸泡 6 个月后扩散即达平衡, 人参皂苷  $\text{Rg}_1$  含量及总固体量不再增加。因此, 在十一方药酒的工业生产中, 不能盲目地将药材粉碎成微粉和浸泡时间太长, 应合理选择。

### 【参考文献】

[1] 鲍建才, 刘刚, 丛登立, 等. 三七的化学成分研究进展 [J]. 中成药, 2006, 28(2): 246.

[2] 宋辉, 张周萍. 粉碎度对中药煎出量影响的探讨 [J]. 中国药房, 1994, 5(1): 48.

[3] 张汉忠, 董明华, 张汉贞. 三七粉碎度对药物成分提取率的影响 [J]. 中国医院药学杂志, 2004, 24(11): 719.

[4] 杨凯, 石莹, 李镐, 等. 微米红参的制备及含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(14): 17.

[5] 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: 附录 10.

[6] 王佩龙, 赵宝山. 影响中药浸出的因素 [J]. 中华临床新医学, 2004, 4(4): 347.

[7] 林青, 黄琳, 肖晓丽, 等. 三七粉碎度对复方丹参片皂苷类有效成分体外溶出的影响 [J]. 中成药, 2007, 29(5): 697.

[8] 张凌瀛. 药材粉碎度对三七片中主要成分在人工胃液中溶出量的影响 [J]. 中国中医药现代远程教育, 2012, 10(7): 162.

[9] 司南, 王宏洁, 边宝林. 六味地黄处方饮片和不同粉碎条件下微粉水提物中丹皮酚含量的比较 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11(6): 28.

[10] 杨丽玲, 吴铁. 不同粉碎度对人参皂苷 3 种不同单体提取率的影响 [J]. 长春中医药大学学报, 2009, 25(5): 69.

[11] 杨丽玲, 吴铁. 浸渍法提取人参皂苷最佳浸泡时间的研究 [J]. 云南中医学院学报, 2009, 32(5): 39.

【责任编辑 仝燕】