

## 竹叶柴胡炮制前后有效成分含量比较

叶方<sup>1</sup>, 杨光义<sup>1</sup>, 杜士明<sup>1\*</sup>, 王刚<sup>1</sup>, 杜婷<sup>1</sup>, 孙荣进<sup>2</sup>

(1. 湖北医药学院附属十堰市太和医院, 湖北 十堰 442000; 2. 湖北医药学院, 湖北 十堰 442000)

**[摘要]** **目的:**分析比较鄂西北地区竹叶柴胡经不同方法炮制前后有效成分的含量变化情况。**方法:**将竹叶柴胡饮片经蜜制、酒制、醋制后,分别提取生品和几种炮制品中的总皂苷、挥发油,使用紫外-可见分光光度法测量炮制前后总皂苷和挥发油含量。**结果:**竹叶柴胡炮制前后柴胡皂苷和挥发油含量均发生了明显的变化。蜜制后总皂苷含量升高,酒制和醋制后总皂苷含量降低,含量高低依次为蜜柴胡>生柴胡>醋柴胡>酒柴胡,含量分别为2.037 5%,1.519 6%,1.317 4%,1.127 4%;几种炮制方法炮制后挥发油含量均有明显升高,含量高低依次为蜜柴胡>酒柴胡>醋柴胡>生柴胡,含量分别为0.736%,0.689%,0.630%,0.395%。**结论:**不同炮制方法炮制竹叶柴胡前后有效成分含量均有不同程度的变化,证明根据不同的药用目的炮制柴胡药材具有科学性。

**[关键词]** 竹叶柴胡; 总皂苷; 挥发油; 炮制

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)12-0083-03

**[doi]** 10.11653/syjf2013120083

## Comparative Study on the Content of Effective Components of *Bupleurum marginatum* before and after Processing

YE Fang<sup>1</sup>, YANG Guang-yi<sup>1</sup>, DU Shi-ming<sup>1\*</sup>, WANG Gang<sup>1</sup>, DU Ting<sup>1</sup>, SUN Rong-jin<sup>2</sup>

(1. Department of Pharmacy, Taihe Hospital Affiliated with Hubei University of Medicine, Shiyan 442000, China;  
2. Hubei University of Medicine, Shiyan 442000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To compare the content of effective components of *Bupleurum marginatum* from Northwest Hubei Province before and after processing by different methods. **Method:** The total saponins and volatile oil from *B. marginatum* processing with honey, wine and vinegar were extracted and the content of effective components was determined by UV-visible spectrophotometry. **Result:** The content of the total saponins and volatile oil of *B. marginatum* before and after processing by different methods had many sign changes. The content of the total saponins of *B. marginatum* increased after processing with honey roasted, but decreased after processing with wine and vinegar. The content varies in different processing methods, the consequent succession was as follows: processing with honey roasted > crude drug > processing with vinegar > processing with wine. The order of the content of total saponins was as follows: 2.037 5%, 1.519 6%, 1.317 4% and 1.127 4%. The content of volatile oil of *B. marginatum* increased after processing by different methods. The result was as follows: processing with honey roasted > processing with wine > processing with vinegar > crude drug. The order of the content of total saponins was as follows: 0.736%, 0.689%, 0.630% and 0.395%. **Conclusion:** The content of effective components of *B. marginatum* changed in varying degrees after processing, and it can be trusted that the *B. marginatum* was processed by different methods for medical purpose.

**[Key words]** *Bupleurum marginatum*; total saponins; volatile oil; processing

**[收稿日期]** 20120617(003)

**[基金项目]** 国家科技部2010年度科技型中小企业技术创新基金项目(10C26214204534)

**[第一作者]** 叶方,副主任药师,从事医院药学研究,Tel:0719-8801393,13986888020,E-mail:yxwen8801129@sina.com

**[通讯作者]** \*杜士明,博士,主任药师,教授,从事中药资源及其品质评价研究,Tel:0719-8801163,E-mail:dsmch@sina.com

柴胡的炮制有着悠久的历史<sup>[1]</sup>,早在南北朝的《雷公炮炙论》中就记载有去鬚并头的加工方法。随着中医药的不断发展,逐渐形成醋制法、酒制法、蜜制法和鳖血制法等。与生品相比各种炮制品均有不同的作用特点,而药材中的有效成分是药材发挥药理作用的物质基础,炮制后药理作用的变化提示药材中的有效成分也有可能发生变化。柴胡皂苷和挥发油是柴胡中的主要有效成分,通过比较不同炮制方法对鄂西北地区竹叶柴胡中皂苷和挥发油含量的影响,为探索中药炮制的临床意义提供理论基础。

### 1 仪器与试剂

TU-1901 型双光束紫外-可见光光度仪(北京普析通用仪器有限责任公司),AUW120D 型电子天平(岛津公司),DZTW 型电热套(220V,北京市永光明医疗仪器厂)。

柴胡皂苷 a 对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号 110777-200406)。

柴胡药材出自湖北神农架林区,由湖北神农本草中药饮片有限公司提供,经湖北中医药大学中药资源和中药复方教育部重点实验室陈科力教授鉴定为竹叶柴胡 *Bupleurum marginatum* WaLL. ex DC.。样品打粉,过 4 号筛备用;米醋和蜂蜜购自超市;黄酒为湖北房县酿造;甲醇为色谱醇,水为自制纯净水,其他试剂均为分析纯。

### 2 柴胡的炮制<sup>[2]</sup>

**2.1 醋柴胡的炮制** 取生柴胡,切成饮片后用适量米醋拌匀,闷润至透,置锅内用文火炒至醋吸尽并微干,取出,晒干。

**2.2 酒柴胡的炮制** 取生柴胡,切成饮片后加适量黄酒拌匀,闷润至透,置锅内用文火加热炒干,取出,放凉。

**2.3 蜜柴胡的炮制** 取蜂蜜适量置锅内,加少许开水加热至沸,倒入柴胡片,用文火炒至深黄,不粘手即可。

### 3 方法与结果

#### 3.1 柴胡总皂苷含量的测定<sup>[3]</sup>

**3.1.1 对照品溶液的制备** 精密称取柴胡皂苷 a (SSa)加甲醇制成每 1 mL 含 SSa 0.09 mg 的溶液,摇匀,即得对照品溶液。

**3.1.2 供试品溶液的制备** 精密称取柴胡粉末(四号筛) 2.0 g,置具塞锥形瓶中,加入 2% KOH 的甲醇溶液 40 mL 水浴回流 1 h,重复提取 1 次,滤过,合并滤液,以甲醇稀释至 100 mL 量瓶中。精密量取提取液 20 mL 水浴蒸干,残留物加水溶解后以水饱和正丁醇 30 mL 萃取 2 次,合并正丁醇部分,水浴蒸干,将残

留物以甲醇溶解至 50 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

**3.1.3 线性关系考察** 精密量取 3.1.1 项下柴胡皂苷 a 对照品溶液 1,2,3,4,5,6 mL 置具塞试管中,水浴蒸干后精密加入 0.2 mL 1% 对二甲氨基苯甲醛的乙醇溶液后,再次蒸干,向试管中精密加入 8 mL 磷酸,70 °C 水浴加热 30 min,充分冷却后,以水为空白在 545 nm 波长处测定吸光度,以对照品含量 X(mg) 为横坐标,吸光度(A)为纵坐标绘制标准曲线,得到柴胡皂苷 a 的回归方程为  $A = 2.282 2C - 0.015 4$  ( $r = 0.997 2$ ),说明柴胡皂苷 a 在 0.09 ~ 0.54 mg 线性关系良好。

**3.1.4 重复性试验** 精密称取生柴胡药材粉末 6 份,按“样品含量测定”方法操作,测定吸光度,计算总皂苷含量。结果显示柴胡总皂苷平均含量为 1.519 6%,RSD 1.17%,表明方法重复性良好。

**3.1.5 稳定性试验** 取同一样品溶液在 0,0.5,1,2,4 h 内测定吸光度,结果 RSD 1.83%,表明样品供试品溶液在 4 h 内检测对结果无影响,稳定性良好。

**3.1.6 加样回收率测定** 精密称取已知含量的柴胡粉末 0.4 g,置具塞锥形瓶中,加入预先配制的 1.51 g·L<sup>-1</sup> 柴胡皂苷 a 对照品 4 mL,再加入 2% KOH 的甲醇溶液 8 mL 水浴回流 1 h,重复提取 1 次,滤过,合并滤液水浴蒸干,残留物加水溶解后以水饱和正丁醇 30 mL 萃取 2 次,合并正丁醇部分,水浴蒸干,将残留物以甲醇溶解至 50 mL 量瓶中,按样品测定方法操作,测定含量,计算加样回收率,结果柴胡皂苷 a 的平均回收率为 100.58% ( $n = 6$ ),RSD 1.74%,见表 1。

表 1 柴胡药材中柴胡总皂苷回收率试验( $n = 6$ )

No.	取样量 /g	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均 /%	RSD /%
1	0.402 1	6.11	6.04	12.14	99.89	100.58	1.74
2	0.398 4	6.05	6.04	12.21	101.98		
3	0.395 2	6.00	6.04	12.22	102.91		
4	0.411 1	6.25	6.04	12.27	99.8		
5	0.400 3	6.08	6.04	12.00	98.01		
6	0.414 0	6.29	6.04	12.38	100.87		

**3.1.7 含量测定** 精密吸取供试品溶液 2 mL 置具塞试管中,水浴蒸干后按 3.1.3 项下操作,测定吸光度,计算样品中柴胡总皂苷的含量,结果见表 2。

**3.2 挥发油含量的测定<sup>[4]</sup>** 精密称取柴胡粉末(过 4 号筛)10 g,置 250 mL 圆底烧瓶中,加 100 mL 15% NaCl 溶液,加热回流 1 h 后将回流装置按《中

表2 竹叶柴胡中总皂苷含量测定( $n=3$ ) %

No.	样品种类	总皂苷
1	生柴胡	1.519 6
2	酒柴胡	1.127 4
3	醋柴胡	1.317 4
4	蜜柴胡	2.037 5

《中国药典》2010年版改成测量挥发油装置,提取6 h后,收集蒸馏液于25 mL量瓶中,加纯净水定容,摇匀。精密量取馏出液2 mL加纯净水稀释至10 mL。另精密量取馏出液2 mL置蒸发皿中水浴上蒸干,残渣加水溶解至10 mL,摇匀后作为空白。采用紫外分光光度法在277 nm波长测定吸光度,结果见表2。

#### 4 讨论

竹叶柴胡使用不同炮制方法炮制前后有效成分柴胡皂苷和挥发油含量均发生了明显的变化。挥发油的含量高低依次为蜜柴胡>酒柴胡>醋柴胡>生柴胡,炮制后挥发油的含量明显高于生柴胡;柴胡总皂苷含量高低依次为蜜柴胡>生柴胡>醋柴胡>酒柴胡,即柴胡蜜制品皂苷含量高于生品,但酒制品和醋制品中总皂苷含量低于生品,运用SPSS 16.0进行单因素方差分析表明,生柴胡与醋制品、酒制品总皂苷含量有显著性差异( $P < 0.05$ ),其他各组之间均有极显著差异( $P < 0.01$ ),说明柴胡炮制前后性味功效的变化是由于化学成分发生了转化<sup>[5]</sup>,化学成分的变化引起其药理作用的转变符合中药理论中中药炮制的目的,同时也体现了中药的整体性<sup>[6-7]</sup>和辨证施治的科学性。

与文献比较<sup>[8]</sup>,相同的是所有研究均显示柴胡蜜制品皂苷、挥发油含量增加明显,不同的是本实验中柴胡酒制和醋制后皂苷含量均降低,而挥发油含量经几种方法炮制后明显上升。李晓东等<sup>[9]</sup>认为柴胡炮制后挥发油损失严重,但范秦鹤等<sup>[10]</sup>认为柴胡炮制过程中由于加热的影响,油室组织受到一定程度破坏使挥发油的溶出过程易于进行,而液体辅料的加入亦可能促进挥发油的溶出,故酒、醋、蜜柴胡挥发油含量较生品升高可能与此有关。分析以上结果和观点结合本实验结果认为炮制后柴胡挥发油降低可能是由于炮制过程中温度过高或炒制时间过

长导致挥发油挥发<sup>[11-12]</sup>,如果用较低温度的文火炒制会使挥发油的测量结果升高。同时柴胡皂苷中主要成分a,d等受酚类或酸性成分的影响,易使环氧醚键开环转化为其他成分<sup>[13]</sup>,也提示柴胡醋制后其中的皂苷含量有可能下降。另外炮制前后有效成分的不同变化是否与柴胡品种、炮制中辅料的用量、炮制温度等有关联需要进一步研究。

#### [参考文献]

- [1] 王和平,黄金勇,徐美术. 柴胡饮片古今研究概况[J]. 中医药信息, 2005, 22(2):15.
- [2] 叶定江,张世臣. 中药炮制学[M]. 北京:人民卫生出版社,2002:367.
- [3] 张岱. 不同产地北柴胡中柴胡总皂苷含量比较[J]. 天津药学,2001, 13(5):60
- [4] 王启帅,李坤坤,杨云,等. 不同采收期北柴胡指标性成分的动态积累研究[J]. 中药材, 2010, 33(8):1204.
- [5] 孙蓉,黄伟,尹建伟,等. 北柴胡不同炮制品柴胡皂苷a含量及急性毒性实验比较研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(13):190.
- [6] 杨光义,叶方,王刚,等. 半仿生提取法在中药新药研究中的应用[J]. 中国药师, 2010, 13(8):1188.
- [7] 孙蓉,王丽,杨倩,等. 柴胡挥发油对大鼠和小鼠的急性毒性研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(11):154.
- [8] 口维敏. 炮制对柴胡药效的影响及临床运用规律[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(10):1998.
- [9] 李晓东. 柴胡炮制前后有效成分的比较分析[J]. 中成药, 2000, 22(7):483.
- [10] 范秦鹤,王俊芳,陈会平. 柴胡及其炮制品有效成分比较[J]. 中成药, 1994, 16(2):20.
- [11] 杨海玲,宋永龙,覃葆,等. 姜黄炮制前后姜黄素、挥发油含量比较研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(17):108.
- [12] 李娟,王智民,高慧敏. 炮制对生姜及其不同炮制品中挥发性成分的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(19):77.
- [13] 白宗利,王岩,贾天柱. 柴胡不同醋制品皂苷类成分比较研究[J]. 中成药, 2008, 30(7):1021.

[责任编辑 顾雪竹]