

# 菊花压制饮片的煎煮质量评价

陈佳<sup>1</sup>, 盛蓉<sup>2\*</sup>, 宋英<sup>2</sup>, 管娜<sup>1</sup>

(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: 通过菊花压制饮片和普通饮片的煎煮质量比较, 进行菊花压制饮片的煎煮质量评价。方法: 采用传统煎煮法, 以绿原酸和干膏率为评价指标, 考察菊花压制饮片和普通饮片的煎煮溶出情况及两者在复方菊花汤中的煎煮溶出情况。结果: 在单味饮片和复方菊花汤的煎煮中, 压制饮片干膏和绿原酸煎出总量均比普通饮片略高, 但无统计学差异。结论: 菊花压制饮片不影响菊花成分的煎煮溶出, 可保证汤剂煎煮质量。

**[关键词]** 菊花; 压制饮片; 煎煮质量

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)21-0115-04

## Evaluation of Decoction Quality of Compressed *Chrysanthemum* Decoction Pieces

CHEN Jia<sup>1</sup>, SHENG Rong<sup>2\*</sup>, SONG Ying<sup>2</sup>, GUAN Na<sup>1</sup>

(1. Pharmacy College, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 610075, China;

2. The Affiliated Hospital of Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 610072, China)

**[Abstract]** **Objective:** To evaluate decoction quality of compressed chrysanthemum decoction pieces by contrasting decoction quality with ordinary chrysanthemum pieces **Method:** The method of traditional decoction extraction, the content of chlorogenic acid and dry extract yielding rate were used as indexes to investigate the decoction quality of ordinary chrysanthemum pieces and compressed chrysanthemum decoction pieces in chrysanthemum decoction and Juhua Tang. **Result:** The content of chlorogenic acid and dry extract yielding rate in compressed chrysanthemum pieces were a little higher than ordinary chrysanthemum pieces in the chrysanthemum decoction and Juhua Tang, but the difference is not significant. **Conclusion:** Compressed chrysanthemum decoction pieces doesn't affect the ingredients boiled out from the herbal, which can assure the decoction quality.

**[Key words]** Chrysanthemum; compressed decoction pieces; decoction quality

菊花为临床常用中药,也是花类药材的代表,具有散风清热,平肝明目的功效<sup>[1]</sup>。由于菊花密度较小,流动性差,普通饮片不利于定量包装和药房调剂<sup>[2]</sup>。压制饮片是一种新的专利技术,饮片压制后大大缩小了饮片体积,适宜机械化生产,有利于后期

包装和调剂,弥补了目前小包装中药饮片的不足。菊花汤由菊花、炙甘草、石膏和川芎组成。原方来源于《圣济总录》卷十六,具有祛风止痛、清热泻火的功效,临床主要用于治疗风头疼。菊花为方中君药,绿原酸为其主要有效成分之一<sup>[3-4]</sup>,《中国药典》以绿原酸作为菊花含量测定的指标成分。

本实验以干膏率和绿原酸含量为评价指标,通过考察菊花压制饮片的单味饮片及在复方汤剂中的煎煮情况,对菊花压制饮片进行煎煮质量评价。

### 1 仪器与试剂

HP1100型高效液相色谱仪(美国惠普),四元泵, DAD检测器, HP化学工作站; BP211D型分析天平(德国赛多利斯), 中药饮片压制机(成都力士液

**[收稿日期]** 20120326(022)

**[基金项目]** 压制中药饮片汤剂煎出质量及其规律研究(ZRYB200912)

**[第一作者]** 陈佳, 硕士研究生, 从事中药新制剂研究, E-mail: chengjia897@126.com

**[通讯作者]** \* 盛蓉, 硕士, 副主任药师, 从事中药质量控制与新制剂研发, Tel: 028-87783257, E-mail: sheng6710@126.com

压制造有限公司), AS10200 型超声波清洗器(天津奥特赛斯仪器有限公司)。

绿原酸(批号 110753-200413, 中国药品生物制品检定所); 菊花药材购自四川省中药饮片有限责任公司, 经成都中医药大学药监教研室严铸云教授鉴定符合《中国药典》2010 年版一部“菊花”项下有关规定(产地四川, 批号 110311); 含量测定用水为重蒸馏水, 乙腈为色谱年纯, 其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 含量测定<sup>[5-7]</sup>

**2.1.1 色谱条件** 依利特-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液(10:90), 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 328 nm, 柱温 30 °C, 进样量 10 μL。

**2.1.2 溶液制备** 对照品溶液的制备: 精密称取绿原酸对照品适量, 置棕色量瓶中, 加 70% 甲醇制成每 1 mL 含 40 μg 的溶液, 即得(10 °C 以下保存)。

供试品溶液的制备: 按菊花汤处方比例称取药材, 加水 15 倍量, 浸泡 30 min, 煎煮 20 min, 滤过, 滤液定容至 400 mL, 得样品液。精密吸取样品液 10 mL, 置 25 mL 棕色量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀, 即得。

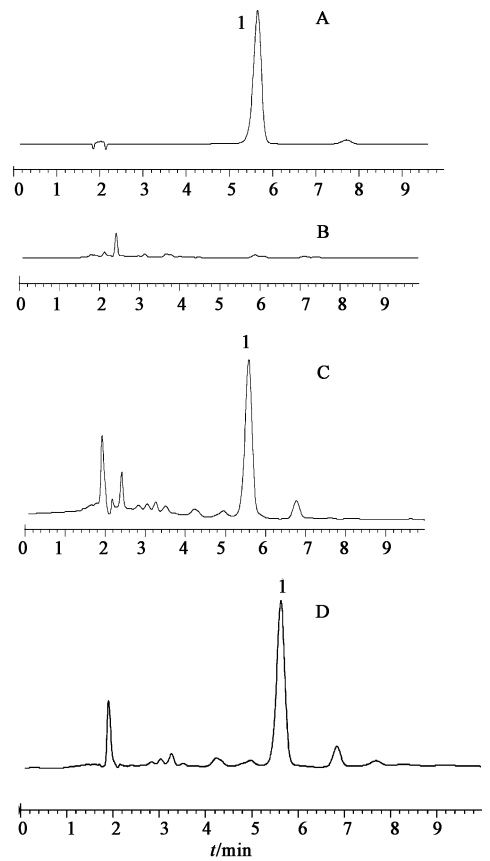
阴性样品溶液的制备: 按“供试品溶液制备”方法制备缺菊花阴性样品, 作为阴性样品溶液。

**2.1.3 系统适用性试验** 取上述对照品、阴性样品和供试品溶液, 照 2.1.1 项下的色谱条件注入液相色谱仪, 记录色谱图, 结果阴性无干扰, 待测峰与其他峰分离度良好, 理论塔板数按绿原酸峰计算不低于 1 000, 分离度 > 1.5, 见图 1。

**2.1.4 标准曲线的制备** 取绿原酸对照品适量, 精密称定, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加 70% 甲醇制成每 1 mL 含 0.3 mg 的对照品贮备液。精密量取对照品贮备液 1, 2, 5, 10, 15 mL 至 25 mL 棕色量瓶中, 用 70% 甲醇定容, 摇匀。按 2.1.1 项下色谱条件测定, 以绿原酸峰面积(Y)为纵坐标, 浓度(X)为横坐标进行线性回归, 得回归方程  $Y = 17\,788.107\,9X - 1.710\,324\,3$  ( $r = 1.000\,00$ )。结果表明, 绿原酸在 0.12 ~ 1.8 μg 峰面积与浓度呈良好的线性关系。

**2.1.5 精密度试验** 取绿原酸对照品溶液 10 μL, 连续进样 6 次, 测定, 结果绿原酸峰面积的 RSD 0.54% ( $n = 6$ ), 表明仪器精密度良好。

**2.1.6 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 1.97% ( $n = 5$ ), 表明供试品溶液在 8 h 内



A. 对照品; B. 阴性样品; C. 复方菊花汤; D. 菊花药材; 1. 绿原酸

图 1 绿原酸对照品、阴性样品和供试品的 HPLC

稳定。

**2.1.7 重复性试验** 精密吸取样品液 10 mL, 共 6 份, 按供试品溶液制备方法制备, 测定, 结果绿原酸含量的 RSD 1.38% ( $n = 6$ ), 表明分析方法的重复性良好。

**2.1.8 加样回收率试验** 精密量取已知含量的样品溶液 5 mL(0.213 4 g·L<sup>-1</sup>) 至 25 mL 棕色量瓶中, 共 6 份, 分别精密加入绿原酸对照品(0.192 2 g·L<sup>-1</sup>) 5 mL, 加甲醇定容, 摇匀。按上述色谱条件测定, 计算回收率。结果见表 1。

表 1 绿原酸回收率试验( $n = 6$ )

No.	样品中 含量/mg	加入量 /mg	实测值 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	1.067	0.961	2.015	98.62	98.48	2.86
2	1.067	0.961	1.993	96.36		
3	1.067	0.961	1.986	95.56		
4	1.067	0.961	2.012	98.34		
5	1.067	0.961	2.012	98.34		
6	1.067	0.961	2.063	103.64		

## 2.2 菊花单味饮片压制前后的煎煮质量比较

**2.2.1 菊花饮片压制前后吸水率的测定** 分别取菊花压制前后饮片各 15 g,分别加水 15 倍量,浸泡 30 min,测定吸水率。结果压制饮片的吸水率为 192% ( $n=3$ ),普通饮片的吸水率为 180% ( $n=3$ )。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 分别称取菊花压制前后饮片各 15 g,分别加水煎煮 2 次。第 1 次加水 15 倍量(补加药材吸水),浸泡 30 min,煎 20 min,滤过;第 2 次加水 10 倍量,煎煮 15 min,滤过,滤液分别定容至 150 mL,备用。

**2.2.3 干膏和绿原酸测定方法** 干膏测定:精密吸取第 1 煎和第 2 煎供试品溶液各 50 mL,分别置已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于 105 °C 干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定质量,结果见表 2。

绿原酸含量测定: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,微孔滤膜(0.45  $\mu\text{m}$ )滤过,取续滤液,注入液相色谱仪,按 2.1.1 项下色谱条件测定,结果见表 2。

结果表明,菊花饮片压制后总干膏和绿原酸的总量均比压制前略高,但无统计学差异。

## 2.3 菊花压制前后在复方菊花汤中的煎煮质量比较

**2.3.1 菊花汤的制备** 按菊花汤处方比例称取药材,其中菊花分别选取压制前后饮片,各 6 份,分别加水煎煮 2 次。第 1 次加水 15 倍量(补加药材吸水),浸泡 30 min,煎 20 min,滤过;第 2 次加水 10 倍量,煎煮 15 min,滤过,滤液分别定容至 400 mL,作为菊花汤溶液。

**2.3.2 干膏和绿原酸测定方法** 绿原酸含量测定:分别精密吸取上述各菊花汤溶液 10 mL,至 25 mL 棕色量瓶中,用甲醇定容,微孔滤膜(0.45  $\mu\text{m}$ )滤

过,取续滤液作供试品溶液,注入液相色谱仪,按 2.1.1 项下色谱条件测定,结果见表 3。

干膏率测定:精密吸取上述第 1 煎和第 2 煎菊花汤溶液各 20 mL,分别置已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于 105 °C 干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定质量,结果见表 3。

结果,菊花压制饮片总干膏率、绿原酸的总量均较普通饮片略高,但无统计学差异。

## 3 讨论

压制饮片是针对小包装饮片全草、叶、花类等,由于质地松、体积大、粉尘大,在生产、运输、仓储和药房调剂各方面出现了极大的困难而研究开发出的一种新型饮片,已获国家实用新型专利,目前四川部分医院已应用于临床。

传统煎煮法是依据国家中医药管理局《医疗机构中药煎药室管理规范》的规定。汤剂煎煮前需加水浸泡 30 min,使其湿润变软,细胞膨胀,易于有效成分渗透扩散到细胞组织外部的水中,饮片压制后,是否影响饮片的吸水膨胀、有效成分溶出及汤剂煎煮质量有待考察,故对压制饮片进行了吸水率、煎煮质量等考察。

由实验结果可知,菊花单味药及复方菊花汤中菊花压制后其总干膏、绿原酸含量均较压制前略高,特别是第一煎,单味药和复方压制前后绿原酸含量均有显著性差异,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,有利于浸润和煎煮,符合中医所说的“药力共出”。表明菊花压制后没有影响其有效成分的溶出,还可以提高溶出速率。

含量测定中,分别对色谱柱(依利特  $C_{18}$  4.6 mm  $\times$  150 mm, 5  $\mu\text{m}$ )、迪马  $C_{18}$  (4.6 mm  $\times$  250 mm, 5  $\mu\text{m}$ )、流速(0.8, 1.0 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>)、检测波长、

表 2 菊花压制前后煎煮比较( $\bar{x} \pm s, n=6$ )

样品	绿原酸含量/mg $\cdot$ g <sup>-1</sup>			干膏率/%		
	第 1 煎	第 2 煎	总含量	第 1 煎	第 2 煎	总干膏
未压制饮片	2.44 $\pm$ 0.527	0.848 $\pm$ 0.078 8	3.28 $\pm$ 0.556	20.83 $\pm$ 1.09	7.83 $\pm$ 0.840	28.66 $\pm$ 1.24
压制饮片	2.64 $\pm$ 0.412	0.744 $\pm$ 0.077 0 <sup>1)</sup>	3.39 $\pm$ 0.423	22.70 $\pm$ 1.09 <sup>1)</sup>	7.07 $\pm$ 0.790	29.78 $\pm$ 0.580

注:与未压制饮片比较<sup>1)</sup>  $P < 0.05$ 。

表 3 菊花饮片压制前后对菊花汤煎煮质量的影响( $\bar{x} \pm s, n=6$ )

样品	绿原酸含量/mg $\cdot$ g <sup>-1</sup>			干膏率/%		
	第 1 煎	第 2 煎	总含量	第 1 煎	第 2 煎	总干膏
未压制饮片汤剂	2.38 $\pm$ 0.050	0.93 $\pm$ 0.097	3.31 $\pm$ 0.136	14.08 $\pm$ 0.580	6.47 $\pm$ 0.460	20.54 $\pm$ 0.840
压制饮片汤剂	2.67 $\pm$ 0.183 <sup>2)</sup>	0.82 $\pm$ 0.065 <sup>1)</sup>	3.49 $\pm$ 0.200	14.58 $\pm$ 0.620	6.28 $\pm$ 0.190	20.86 $\pm$ 0.590

注:与未压制饮片汤剂比较<sup>1)</sup>  $P < 0.05$ , <sup>2)</sup>  $P < 0.01$ 。

# HPLC 测定蒙成药顺气补心十一丸中丁香酚的含量

吴七十三\*, 乌力吉, 韩巴根那, 包明兰  
(内蒙古民族大学, 内蒙古 通辽 028005)

[摘要] 目的:建立蒙药顺气补心十一丸中丁香酚的含量测定方法。方法:采用高效液相色谱法(HPLC),Hypersil ODS C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),以甲醇-水-磷酸(65:35:0.05)为流动相,流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,柱温 30 °C,检测波长 283 nm。结果:丁香酚在 0.025~0.150 μg 与其相应的峰面积值具有良好的线性关系( $r=0.9998$ )。丁香酚的平均回收率为 96.94%,RSD 1.95% ( $n=6$ )。结论:该方法精密度高,分离度好,可用于蒙药顺气补心十一丸中丁香酚的含量测定。

[关键词] 顺气补心十一丸; 高效液相色谱法; 丁香酚

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)21-0118-03

## Determination of Eugenol in Traditional Mongolian Medicine Shunqi Buxin-11 Pill by HPLC

WU Qi-shi-san, WU Li-ji, HAN Ba-gen-na, BAO Ming-lan  
(Inner Mongolia University for the Nationalities, Tongliao 028005, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a determination method of eugenol in traditional Mongolian medicine Shunqi Buxin-11 Pill. **Method:** High performance liquid chromatography (HPLC) method was applied with Hypersil ODS C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column by methanol-water- phosphoric acid (65:35:0.05) as mobile phase with the flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; the column temperature was maintained at 30 °C, and the UV detection wavelength was set at 283 nm. **Result:** Eugenol was linear in the range of 0.025-0.150 μg,  $r=0.9998$ , the average recovery was 96.94%, RSD was 1.95% ( $n=6$ ). **Conclusion:** Precision of the method was high, and separating was good, and the method can be used for determination of eugenol in traditional Mongolian medicine Shunqi Buxin-11 Pill.

[Key words] Shunqi Buxin-11 Pill; HPLC; eugenol

蒙药顺气补心十一丸是抗赫依病的常用蒙医方剂之一,蒙古名为阿密别日各其一-11,具有镇“赫

[收稿日期] 20120321(013)

[基金项目] 内蒙古自然科学基金项目(2011MS1213)

[通讯作者] \* 吴七十三,博士,副教授,从事蒙医药学研究,Tel:15048549693,E-mail:qishanwu@126.com

流动相、柱温等进行考察,结果在选定条件下,样品分离较佳。

### [参考文献]

- [1] 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.
- [2] 甘雨良.浅谈中药饮片在临床应用中存在的问题与对策[J].中国实用医药,2008,3(3):150.
- [3] 陈慧芳.植物活性成分词典.第3册[M].北京:中

国医药科技出版社,2001:12.

- [4] 黄泰康.常用中药有效成份与药理手册[M].北京:中国中医药科技出版社,1994.1565.
- [5] 中国药典.一部[S].2010:292.
- [6] 卢化,朱丽.菊花类商品中绿原酸的含量比较[J].湖北中医学院学报,2010,12(1):30.
- [7] 覃珊,温学森.HPLC同时测定菊花中6种活性成分含量[J].中国中药杂志,2011,36(11):1474.

[责任编辑 顾雪竹]