

市售黄芩饮片的炮制质量

苗光新,李忠思,吴宁宁,常金花,刘沛,刘翠哲*

(河北省中药研究与开发重点实验室 承德医学院,河北 承德 067000)

[摘要] 目的:测定黄芩药材和不同厂家的黄芩饮片中黄芩素转化率,对黄芩饮片的炮制质量进行探讨。方法:采用 HPLC 测定黄芩药材和不同厂家的黄芩饮片中黄芩苷与黄芩素的含量,并测定其超声自身酶解后的黄芩素含量,计算各自的黄芩素转化率。结果:黄芩药材中黄芩素的转化率为 81.1%,按药典方法炮制的黄芩饮片的黄芩素转化率为 5.3%,不同厂家的黄芩饮片的黄芩素转化率依次为 76.3%,73.0%,54.81%,52.7%,61.3%,71.5%。结论:市售黄芩饮片的炮制质量偏低。

[关键词] 黄芩;黄芩苷;黄芩素;转化率;炮制质量

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)22-0091-04

Processing Quality of *Scutellaria baicalensis*

MIAO Guang-xin, LI Zhong-si, WU Ning-ning, CHANG Jin-hua, LIU Pei, LIU Cui-zhe*

(Hebei Province Key Laboratory of Research and Development for Chinese Medicine,
Chengde Medical College, Chengde 067000, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the conversion rate of baicalein of *S. baicalensis* and *S. baicalensis* decoction pieces from different factories, and study the processing quality of *S. baicalensis* decoction pieces. **Method:** The content of baicalin and baicalein of *S. baicalensis* and *S. baicalensis* decoction pieces from different factories was determined. The content of baicalein after ultrasound combined with self-enzymolysis was determined by calculated respective conversion rate of baicalein. **Result:** The conversion rate of baicalein of radix scutellariae was 81.1%. The conversion rate of baicalein of *S. baicalensis* decoction pieces processed by pharmacopoeias method was 5.3%. The conversion rates of baicalein of *S. baicalensis* decoction pieces from different factories were 76.3% and 73.0%, 54.81%, 52.7%, 61.3% and 71.5%. **Conclusion:** The processing quality of *S. baicalensis* was low.

[Key words] *Scutellaria baicalensis*; baicalin; baicalein; conversion rate; processing quality.

黄芩为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根,具有清热燥湿,泻火解毒、止血、安胎之功效^[1]。黄芩中含有黄芩苷、黄芩素等有效成分,其中黄芩苷是主要成分,具有镇静、降压、清除自由基、抗癌、对缺血再灌注损伤的大脑和心肌的保护

作用及对不同原因引起的肝损伤的保护作用等^[2,5]。黄芩中自身存在一种酶可以将黄芩苷酶解为苷元黄芩素^[3],黄芩素本身不稳定,易被氧化变绿^[4,6]。《中国药典》(2010年版一部)中黄芩饮片的炮制过程为“除去杂质,置沸水中煮 10 min,取出,闷透,切薄片,干燥;或蒸半小时,取出,切薄片,干燥”^[1]。饮片经此炮制过程,可将药材中水解黄芩苷的酶破坏掉^[7],保证了有效成分的稳定性。但前期实验研究发现从药店购得的黄芩饮片大多没有进行高温杀酶处理或杀酶处理不完全,同时也发现部分药厂因使用炮制不合格的黄芩饮片而造成了很大的经济损失。本实验旨在对黄芩饮片的炮制质量进行探讨,为黄芩饮片的规范炮制提供理论依据。

[收稿日期] 20111226(007)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81073146);河北省高等学校自然科学基金项目(20111133)

[第一作者] 苗光新,硕士,助理研究员,从事中药治疗心脑血管病药理研究,Tel:0314-2291141,E-mail:mgx8088@163.com

[通讯作者] *刘翠哲,博士,教授,从事中药制剂的现代化研究,Tel:0314-2290359,E-mail:liucuihexy@sohu.com

1 仪器与试药

TG16-WS 型台式高速离心机(长沙湘仪离心机仪器有限公司),YP1200 型电子天平(上海广盛科学仪器公司),AG-245 型电子分析天平(梅特勒-托利多公司),98-1-B 型电子调温电热套(天津市泰斯特仪器有限公司),SB-1000 型水浴锅(上海爱朗仪器有限公司),JASCO 高效液相色谱仪(UV-1575 检测器,PU-1580 泵,日本分光公司),KQ300 型超声清洗仪(昆山市超声仪器有限公司)。

黄芩的干燥根(购于中国药材集团承德有限责任公司,并经承德医学院赵春颖副教授鉴定为统芩,产于河北承德,为热河黄芩);不同的黄芩饮片六份(由不同饮片加工厂炮制而得);黄芩素对照品(批号 111595-200604,中国药品生物制品检定所);黄芩苷对照品(批号 715-200111,中国药品生物制品检定所);甲醇为色谱纯,水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 试药 购买不同饮片加工厂炮制的黄芩饮片及黄芩药材编号见表 1。

表 1 不同厂家的黄芩饮片及药材编号

No.	生产或销售厂家
1	安国昌达饮片加工厂
2	承德饮片加工厂
3	河北康派药材有限公司
4	安国金山星有限公司
5	安国药兴饮片加工厂
6	热河饮片厂
7	黄芩根(中国药材集团承德有限责任公司,经承德医学院赵春颖副教授鉴定为统芩)

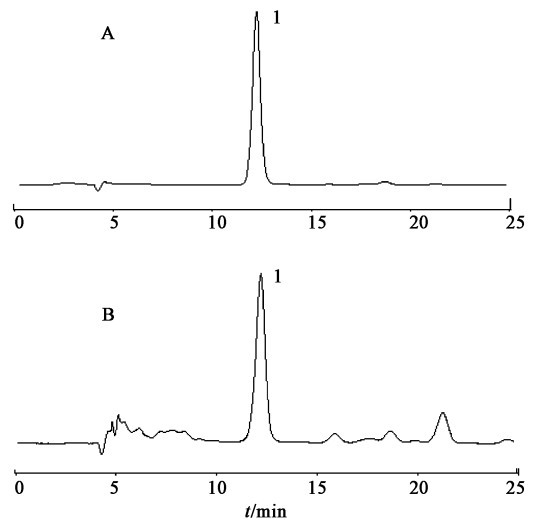
取黄芩原药材(7 号药材)100 g,置沸水中加热 10 min,取出闷透,切薄片,干燥^[1],编号为 8,备用。

2.2 黄芩苷的分析方法^[1]

2.2.1 色谱条件 Discovery C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),柱温 35 ℃,流动相甲醇-水-磷酸(47:53:0.3),流速 0.6 mL·min⁻¹,检测波长 280 nm。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取在 60 ℃减压干燥 4 h 的黄芩苷对照品 1.50 mg,置 25 mL 量瓶中,用甲醇定容,即得,色谱图见图 1。

2.2.3 供试品溶液的制备 分别取 1~8 号黄芩饮片与黄芩药材粉碎,取能过 4 号筛,不能过 5 号筛的部分,得中粉。精密称定中粉 0.3 g,加 70% 乙醇 40 mL,加热回流 3 h,滤过,滤液置 100 mL 量瓶中,用少量 70% 乙醇分次洗涤容器和残渣,洗涤液一同滤



A. 对照品;B. 供试品;1. 黄芩苷

图 1 黄芩饮片中黄芩苷 HPLC

入量瓶中,定容,摇匀。精密量取 1 mL,挥干溶剂,加甲醇溶解,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得,色谱图见图 1。

2.2.4 水分的测定 1~8 号黄芩药材与黄芩饮片按《中国药典》(2010 年版 附录 IX H 第一法)测定水分含量:精密称取中粉 3.0 g,平铺于干燥至恒重的扁形称瓶中,盖上瓶盖,精密称定,打开瓶盖在 100 ℃ 下干燥 5 h,干燥至恒重,移置干燥器中,冷却 30 min,精密称重,计算含水量,结果见表 2。

表 2 不同厂家黄芩饮片及黄芩药材的含水量

No.	干燥前质量/g	干燥后质量/g	水分/%
1	3.032	2.766	8.77
2	3.016	2.754	8.69
3	3.027	2.788	7.90
4	3.024	2.812	7.01
5	3.024	2.771	8.37
6	3.035	2.805	7.58
7	3.042	2.791	8.25
8	3.041	2.822	7.20

2.2.5 黄芩苷的含量测定 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL,注入高效液相色谱仪,测定峰面积,计算黄芩苷的含量,结果见图 2。

2.3 黄芩素的分析方法^[8]

2.3.1 色谱条件^[9] Discovery C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),柱温 35 ℃,流动相甲醇-水-冰醋酸(48:52:0.4),流速 0.8 mL·min⁻¹,检测波长 275 nm。

2.3.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芩素对照品 5.0 mg,置 25 mL 量瓶中加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,色谱图见图 3。

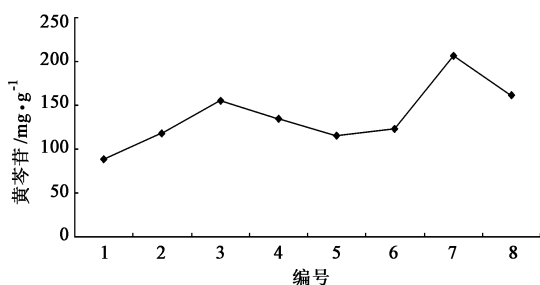
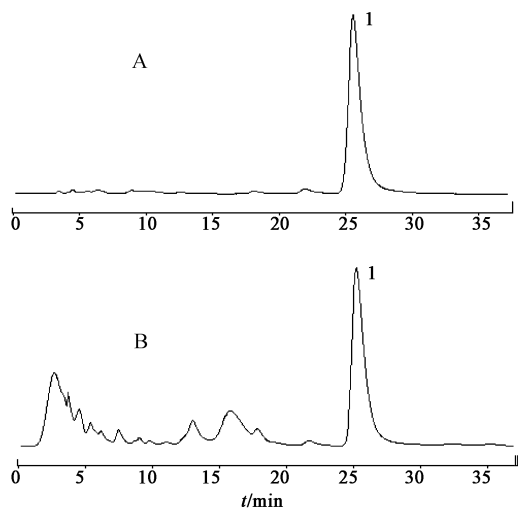


图2 不同厂家黄芩饮片及黄芩药材中黄芩苷的含量

2.3.3 供试品溶液制备^[10] 分别取1至8号黄芩药材与黄芩饮片粉碎过1号筛,称取2.5 g,加入100 mL水,将容器口盖严,60℃下酶解10 h^[11],过滤,滤渣加入70%乙醇,于300 W功率下超声提取4次,每次20 min,合并滤液,脱脂棉过滤,得滤液,加70%乙醇至100 mL;用移液管吸取上述溶液2 mL,挥干后甲醇定容于10 mL量瓶中,标号即得,色谱图见图3。



A. 对照品;B. 供试品;1. 黄芩素

图3 黄芩饮片中黄芩素 HPLC

2.3.4 黄芩素的含量测定^[12] 分别精密吸取对照品溶液和2种供试品溶液各5 μL,注入高效液相色谱仪,测定峰面积,计算黄芩素的含量及黄芩素的转化率,结果见图4,5。

由表2和图2,4,5可知,按照药典方法炮制的黄芩饮片黄芩素转化率低于10%,虽1~6号黄芩饮片的水分及黄芩苷含量合格^[1],但黄芩素的转化率在50%以上,即1~6号黄芩饮片中仍存在着能使黄芩苷转化为黄芩素的酶,由此可见由市场购买的黄芩饮片并没有严格按照药典的规定进行炮制,炮制质量低。

3 讨论

结果表明市售黄芩饮片的炮制质量偏低,3,4,5

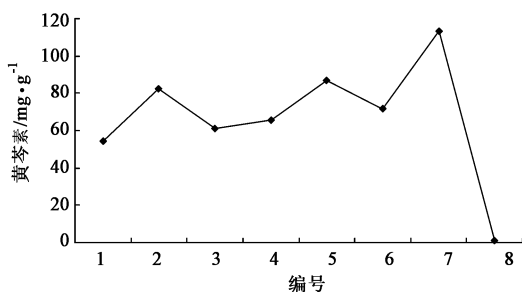


图4 不同厂家黄芩饮片及黄芩药材中黄芩素的含量

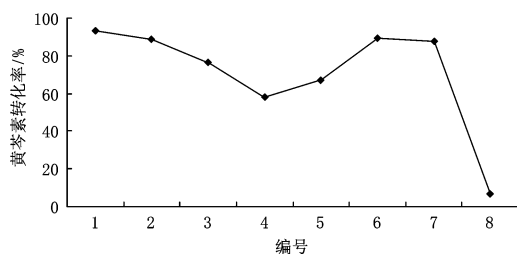


图5 不同厂家黄芩饮片及黄芩药材中黄芩素的转化率

号黄芩饮片的黄芩素转化率相对较低,推测可能是对饮片进行了高温处理,但处理得不彻底,仍有酶存在,由此可推测现有的黄芩饮片炮制方法实用性较差,可在黄芩饮片炮制方面进行改良。

黄芩是中药成方制剂的常见处方药味,中药成方制剂、汤药多以饮片投料,因而饮片的加工炮制质量直接影响成方制剂中有效成分的含量以及汤剂的治疗效果。多数厂家在使用时采用了冷水浸泡然后加热煮沸提取,而浸润或漂洗时间过长,或在黄芩饮片的加工过程中未蒸透,由于其酶的作用,会使黄芩苷酶解,导致饮片断面出现绿色,且由于有效成分降低而治疗效果减弱。建议在提取黄芩苷时采用沸水投料的方法,杀酶保苷,从而提高黄芩苷的收率。

【参考文献】

- [1] 中国药典.一部[S]. 2010:283.
- [2] 史雪靖. 黄芩药理作用研究进展[J]. 中医药信息, 2010,27(4):128.
- [3] 张琪,陈忻. 黄芩苷的药动力学研究进展[J]. 中南药学,2011,9(3):209.
- [4] Min Li-Weber. New therapeutic aspects of flavones: The anticancer properties of Scutellaria and its main active constituents Wogonin, Baicalein and aicalin[J]. Cancer Treatment Reviews, 2009,35(1):57.
- [5] Zhang Yufei, Wu Hong, Li Lin, et al. Enzymatic conversion of baicalin into baicalein by β -glucuronidase encapsulated in biomimetic core-shell structured hybrid capsules[J]. Molecular Catalysis B, Enzymatic, 2009, 57(1~4):130.

当归干、鲜品中游离阿魏酸和总阿魏酸含量

林丽,晋玲,李应东*,侯嘉,高素芳,杨建成
(甘肃中医学院,兰州 730000)

[摘要] 目的:采用HPLC测定当归鲜品与干品中游离阿魏酸和总阿魏酸的含量,并对其进行比较。方法:ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)分析柱,流动相乙腈-0.085%磷酸(17:83),检测波长316 nm,柱温35℃,流速1.0 mL·min⁻¹,进样量为10 μL。测定样品中游离阿魏酸和总阿魏酸的含量。结果:游离阿魏酸和总阿魏酸分别在0.024 2~0.121 0 μg和0.0242~0.192 36 μg呈良好的线性关系。回收率分别为96.34%,97.35%;09年当归干品中游离阿魏酸含量最高,鲜品中总阿魏酸含量最高。结论:该方法准确简便,具有相对良好的重复性和稳定性,有利于提高当归药材的质量控制。

[关键词] HPLC法;当归;鲜品;干品;游离阿魏酸;总阿魏酸

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)22-0094-04

Correlation Study of Free and Total Ferulic Acid Content in Dried and Fresh *Angelica sinensis*

LIN Li, JIN Ling, LI Ying-dong*, HOU Jia, GAO Su-fang, YANG Jian-cheng
(Gansu College of Traditional Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China)

[Abstract] **Objective:** The free and total ferulic acid content in dried and fresh *Angelica sinensis* Radix was measured by HPLC. **Method:** Free and total ferulic acid content was determined by HPLC. The separation was performed on a ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) with acetonitrile-0.085% phosphoric acid (17:83) as mobile phase at temperature of 35℃. The flow rate was 1.0 mL·min⁻¹ and the detected wavelength was set at 316 nm; the injection volume was 10 μL. **Result:** The linear relationship of free and total ferulic acid was excellent within the range of 0.024 2-0.121 0 μg and 0.024 2-0.192 36 μg, and the recovery rates were 96.34% and 97.35%, respectively. The free ferulic acid in dried *A. sinensis* Radix of 2009 was the highest and the total ferulic acid in fresh *A. sinensis* Radix was the highest. **Conclusion:** This method was simple and accurate with good repeatability and stability. It will help to improve the quality control of *A. sinensis* Radix.

[Key words] HPLC; fresh *Angelica sinensis* Radix; dried *Angelica sinensis* Radix; free ferulic acid; total ferulic acid

[收稿日期] 20120702(430)

[基金项目] 国家自然科学基金面上项目(31070352)

[第一作者] 林丽,高级实验师,从事中药资源、中药质量评价, Tel:0931-8765396, E-mail: xrhlin@sina.com

[通讯作者] *李应东,教授,博士生导师,从事中药资源、中西医结合, Tel:0931-8765566, E-mail: gszjyinling@163.com

- [6] 李丽,张村,肖永庆,等. 黄芩饮片的产地加工方法研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(8):1.
- [7] 李贵波,王欣欣,刘秀华,等. 正交试验法优选黄芩炮制工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(6):36.
- [8] 熊春媚,郭亚东,马银海,等. RP-HPLC法测定黄芩苷和黄芩素的含量[J]. 食品与药品,2007,9(03A):15.
- [9] 赵春颖,王汝兴. 黄芩素制备工艺及含量测定方法的研究[J]. 承德医学院学报,2007,24(3):239.
- [10] 王彩芳,张红岭,代桂丽,等. 正交实验优选黄芩中黄芩素提取工艺[J]. 时珍国医国药,2007,18(10):2509.
- [11] 刘云华,黄志芳,陈燕,等. 酶解法提取黄芩中黄芩素的工艺研究[J]. 天然产物与开发,2007,19(4):688.
- [12] 姚亚红,张立伟. 黄芩素提取工艺研究[J]. 西北药学杂志,2008,23(5):280.

[责任编辑 顾雪竹]