

不同产地生制狗脊中总酚酸含量比较

鞠成国,徐刚,宋勇军,赵文龙,贾天柱*
(辽宁中医药大学药学院,辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的:比较不同产地生制狗脊中总酚酸含量。方法:采用紫外-可见分光光度法计算不同产地生制狗脊中总酚酸的含量。结果:不同产地生制狗脊中总酚酸质量分数 3.72%~6.16%,制狗脊中总酚酸质量分数 3.09%~5.09%。结论:不同产地狗脊中总酚酸的含量存在一定差异,狗脊经炮制后总酚酸的含量降低。

[关键词] 狗脊;炮制;总酚酸;含量测定

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)10-0024-03

Comparison of the Content of Total Phenolic Acid in *Cibotium barometz* and its Processed Products from Different Areas

JU Cheng-guo, XU Gang, SONG Yong-jun, ZHAO Wen-long, JIA Tian-zhu*
(College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To compare the content of total phenolic acid in *Cibotium barometz* and its processed products from different areas. **Method:** The content of total phenolic acid from *C. barometz* was determined by UV spectrophotometry. **Result:** The content of total phenolic acid in *C. barometz* from different areas varied from 3.72%~6.16%, and it was 3.09%~5.09% in its processed products. **Conclusion:** There was certain difference of the content of total phenolic acid in *C. barometz* from different areas, and the contents of total phenolic acid was reduced after processed.

[Key words] *Cibotium barometz*; processing; total phenolic acid; content determination

狗脊为蚌壳蕨科植物金毛狗脊的干燥根茎,主产于福建、四川、云南、广西等地,具有补肝肾、强腰膝、祛风湿、止痛之功效^[1],主治风湿痹痛、腰膝酸软、下肢无力等。其主要成分为糖类成分,且含量很高^[2],还含有挥发性成分、黄酮、皂苷和酚酸等类成分^[3-10]。酚酸为狗脊中重要活性成分^[11],本试验采用紫外分光光度法,以原儿茶醛为对照品,三氯化铁-铁氰化钾为显色剂,通过测定吸光度计算不同产地狗脊生品及炮制品中总酚酸含量^[12-13],比较炮制前后总酚酸含量变化。总酚酸含量与对照品的酚羟

基个数有关,随着对照品酚羟基个数增加,总酚酸的测定含量降低,而狗脊中的酚酸大多含有两个酚羟基^[14],故本试验采用原儿茶醛作为对照品测定总酚酸含量。

1 材料

METTLER AE240 型 1/10 万分析天平(瑞士 METTLER),FA1004B 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司),U-3010 型紫外分光光度计(日本日立)。

所有狗脊药材经鉴定为蚌壳蕨科植物金毛狗脊 *Cibotium barometz*(L.)J. Sm. 的干燥根茎,狗脊制品为取净狗脊片置河砂中 180~190℃ 烫制 6 min,取出,筛去河砂。将生制狗脊饮片粉碎,过 60 目筛,备用。原儿茶醛对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110810-200506),所用试剂均为分析纯,水为纯净水。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的配制 精密称取原儿茶醛对照

[收稿日期] 20111211(002)
[基金项目] 国家自然科学基金项目(30973938)
[第一作者] 鞠成国,在读博士研究生,讲师,从事中药炮制工艺与原理研究, Tel: 13842603391, E-mail: jcg7092357@163.com
[通讯作者] * 贾天柱,教授,博士生导师,从事中药炮制原理研究, E-mail: jiatz@lnutcm.edu.cn

品 3.1 mg 置 50 mL 量瓶中,加甲醇使充分溶解并稀释至刻度,摇匀,即得质量浓度 $0.062 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备 取狗脊粉末 0.5 g,精密称定,加 50% 甲醇 40 mL 水浴回流 2 h,过滤,滤渣用少量 50% 甲醇洗涤,过滤,合并滤液,加 50% 甲醇定容至 50 mL 量瓶中备用。

2.3 标准曲线的制备 精密吸取原儿茶醛对照品溶液 10, 50, 100, 200, 300, 350 μL , 分别置 10 mL 置具塞刻度试管中,加甲醇至 2 mL,加 0.3% 十二烷基硫酸钠 0.8 mL 及 0.6% FeCl_3 -0.9% $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (1:1) 混合溶液 0.4 mL,混匀,暗处放置 5 min,加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCL 溶液至刻度,混匀,暗处放置 20 min,以显色剂为空白对照,在 760 nm 波长处测定吸光度(A),以 A 为纵坐标,儿茶醛对照品溶液质量浓度为横坐标,得回归方程 $Y = 0.5025X + 0.0481$

($r = 0.9995$),线性范围 $0.062 \sim 2.17 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

2.4 精密度试验 取同一供试品溶液 200 μL ,照 2.3 项下方法操作,连续测定 5 次, RSD 0.84%,结果表明精密度良好。

2.5 重复性试验 取同一批次粉碎后的狗脊 5 份,按 2.2 项下制备供试品溶液,分别按 2.3 项下方法测定,结果总酚酸平均含量 0.616%, RSD 1.29%,表明重复性良好。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液,按 2.2 项下方法操作,分别在 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 min 测定,结果表明供试品溶液在 20 ~ 45 min 显色稳定, RSD 1.23%。

2.7 加样回收率试验 精密称取生狗脊约 0.25 g,共 6 份,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.3 项下方法测定,计算回收率,结果见表 1。结果表明该方法回收率符合有关规定。

表 1 原儿茶醛加样回收率试验

No.	取样量/g	样品含量/mg	对照品量/mg	实测总量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	0.2503	1.54	1.51	3.03	98.7		
2	0.2523	1.55	1.62	3.14	98.1		
3	0.2488	1.53	1.65	3.13	97.0		
4	0.2512	1.55	1.46	3.01	100.0	99.0	1.52
5	0.2531	1.56	1.51	3.09	101.3		
6	0.2476	1.53	1.57	3.08	98.7		

2.8 含量测定 取不同产地狗脊生品及炮制品各 0.5 g,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.3 项下方法测定 A,计算供试品中总酚酸含量,结果见表 2。

表 2 不同产地生制狗脊中总酚酸含量($n = 5$) %

样品	总酚酸	RSD
云南生品	4.06	1.03
云南制品	3.64	1.53
福建生品	3.72	0.82
福建制品	3.09	0.77
广西生品	5.75	1.85
广西制品	4.69	0.96
四川生品	3.82	1.43
四川制品	3.45	0.66
康美生品	6.16	1.47
康美制品	5.09	0.59

由表 2 结果可知,不同产地狗脊中总酚酸含量存在一定差异,其中以康美狗脊中总酚酸含量最高。狗脊经砂烫炮制后总酚酸含量均有不同程度的降低,推测可能与氨基酸对热不稳定,加热易发生脱水反应有关,因为狗脊在炮制过程中要经过高温加热,从而破坏了一部分酚酸。

3 讨论

样品溶液和对照品溶液在显色后在 200 ~ 800 nm 进行扫描,结果均在 760 nm 处有最大吸收,故确定 760 nm 为测定波长。

试验中对样品提取条件进行考察,首先考察提取溶剂,采用不同体积分数甲醇进行提取,结果表明 50% 甲醇对总酚酸的提取效率最高,故选择 50% 甲醇为提取溶剂;其次对样品提取方法进行考察,结果表明回流提取优于超声提取,故选择回流提取为提取方法;考察回流提取 1, 2, 3 h,结果表明提取 2 h 所得总酚酸含量不再增加,故选择提取 2 h。

盐酸小檗碱自微乳剂的处方设计及体外评价

何琳¹, 刘意¹, 郑冬梅¹, 潘海文¹, 袁飞¹, 龙晓英^{2*}

(1. 广东药学院中山校区, 广东 中山 528458; 2. 广东药学院中药学院, 广州 510006)

[摘要] 目的: 制备盐酸小檗碱自微乳剂, 并对其质量及体外溶出度进行考察。方法: 通过正交设计和伪三元相图优化处方, 分别以乳化程度、乳化速度、有无油层及混合分层情况为指标, 对自微乳化系统中的油相、乳化剂及助乳化剂的组成和用量进行研究, 筛选盐酸小檗碱自微乳剂的最佳组成及比例。采用紫外分光光度法进行质量评价, 并考察其溶出度。结果: 盐酸小檗碱自微乳剂组成为盐酸小檗碱-油酸乙酯-聚氧乙烯(40)氢化蓖麻油-聚乙二醇-400 0.015:0.120:0.160:0.120; 乳滴粒径 80.59 nm; 在质量考察中, 盐酸小檗碱在 4.49 ~ 22.44 mg·L⁻¹ 和吸光度呈良好线性关系, $r = 0.9999$, 平均回收率 100.9%, RSD 1.65%, 样品平均质量分数 97.4%, RSD 0.84%。在人工胃液中 20 min 的溶出度 > 80%, 远高于市售片剂。结论: 自微乳剂能够改善盐酸小檗碱难溶性, 且制备工艺简单, 具有良好应用前景。

[关键词] 盐酸小檗碱; 自微乳化给药系统; 溶出度; 质量评价

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)10-0026-05

Formulation Design and *in vitro* Evaluation of Berberine Hydrochloride self-microemulsion

HE Lin¹, LIU Yi¹, ZHENG Dong-mei¹, PAN Hai-wen¹, YUAN Fei¹, LONG Xiao-ying^{2*}

(1. Guangdong Pharmaceutical University Zhongshan Campus, Zhongshan 528458, China;

2. School of Traditional Chinese Medicine, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China)

[收稿日期] 20111027(002)

[基金项目] 国家自然科学基金面上项目(30973953C1909)

[第一作者] 何琳, 硕士, 实验师, 从事药物新剂型与新技术研究, Tel: 0760-88207977, E-mail: helin721@163.com

[通讯作者] * 龙晓英, 博士, 教授, 硕士生导师, 从事药物新剂型与新技术研究, Tel: 020-39352559, E-mail: longxy3156@163.com

[参考文献]

[1] 贾天柱. 中药炮制学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2008: 114.
[2] 贾天柱, 周鹤, 解世全, 等. 中药狗脊及其炮制品中氨基酸和总糖的比较分析[J]. 中成药, 2000, 22(10): 701.
[3] 贾天柱, 李军, 解世全, 等. 狗脊及其炮制品挥发油成分的比较研究[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(4): 216.
[4] 许重远, 陈振德, 陈志良, 等. 金毛狗脊的化学成分研究(II)[J]. 解放军药学报, 2000, 16(2): 65.
[5] 陈志良, 陈振德, 许重远, 等. 金毛狗脊的化学成分研究[J]. 中药材, 2000, 23(3): 160.
[6] 程启厚, 杨中林, 胡永美. 狗脊化学成分的研究[J]. 药学进展, 2003, 27(5): 298.
[7] 奕新, 王皓, 温远影. 狗脊化学成分研究[J]. 热带亚热带植物学报, 2002, 10(4): 361.

[8] 张春玲, 王喆星. 狗脊化学成分的分离与鉴定[J]. 中国药物化学杂志, 2001, 11(5): 279.
[9] 吴琦, 杨秀伟, 杨世海, 等. 金毛狗脊的化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2007, 19(2): 240.
[10] 杨慧洁, 吴琦, 杨世海. 金毛狗脊化学成分与药理活性研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(15): 230.
[11] 许树, 步显坤, 周翎, 等. 烫狗脊中的酚性化合物研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(8): 71.
[12] 李朝霞, 李云谷. 大孔吸附树脂纯化丹参总酚酸的工艺研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(3): 30.
[13] 李明, 冯世阳. 茉莉酸甲酯对丹参茎叶丹酚酸和丹酚酸 B 含量的影响[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(8): 1921.
[14] 王文祥, 周巧霞, 顾明, 等. 不同对照品对芍药胶囊总酚酸含量测定的影响[J]. 中成药, 2001, 23(7): 536.

[责任编辑 全燕]