

泽泻饮片质量控制方法研究

刘文琴¹, 余无双², 周丽姣¹, 罗金龙¹, 龚嘉华¹, 谢一辉^{1*}

(1. 江西中医学院, 南昌 330004; 2. 阿斯利康(无锡)贸易有限公司, 广东 珠海 519000)

[摘要] 目的: 探讨泽泻炮制饮片的质量控制指标可行性。方法: 采用高效液相色谱法测定泽泻饮片中 24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B 的含量; 采用照相机和 Adobe Photoshop 软件获取饮片外观信息, 评判不同产地泽泻炮制饮片的色泽差异。结果: 各炮制饮片中 24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B 总量均大于 0.08%, 泽泻饮片色泽均匀性在 10~2.5, 泽泻饮片色度差在 2~8 个色度单位。结论: 所选质控指标可反映泽泻饮片的内在质量, 可用于中药泽泻的质量控制。

[关键词] 泽泻; 泽泻醇 B-23 乙酸酯; 泽泻醇 A24-乙酸酯; 饮片外观色泽差

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)07-0087-03

Study on Quality Control Method of Processed Alisma Pieces

LIU Wen-qin¹, YU Wu-shuang², ZHOU Li-jiao¹, LUO Jin-long¹, GONG Jia-hua¹, XIE Yi-hui^{1*}

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China;

2. Aslikan(Wuxi) Limited Trade Company, Zhuhai 519000, China)

[Abstract] **Objective:** To explore the feasibility of quality control index of processed alisma pieces. **Method:** The content of 24-acetyl alisol A and 23-acetyl alisol B in processed alisma pieces was determined by high performance liquid chromatography; appearance information of processed pieces was gotten by cameras and Adobe Photoshop software, to evaluate the shade diferential of different origin. **Result:** The total amount of 24-acetyl alisol A and 23-acetyl alisol B in every processed alisma were more than 0.08%. Color uniformity of processed alisma was between 10 to 2.5, and the processed alisma chromatic diferential was in the 2-8 chromatic units. **Conclusion:** The quality control indicators to reflect the intrinsic quality of processed Alisma Pieces can be used for quality control of traditional Chinese medicine alisma.

[Key words] Alismataceae; alisol B-23 acetate; alisol A24-acetate; external color difference of processed pieces

泽泻为泽泻科植物泽泻 *Alisma orientalis* (Sam.) Juzep. 的干燥块茎, 性味甘、寒, 归肾、膀胱经, 用于小便不利, 水肿胀满, 泄泻尿少, 痰饮眩晕, 热淋涩痛, 高血脂等症。临床以炮制饮片入药, 主要有盐泽泻、麸炒泽泻。《中国药典》2005 年版收载品种为盐

泽泻, 樟帮法^[1] 主要有麸炒泽泻。《中国药典》收载的泽泻质量标准只有生品的性状、显微鉴别、总灰分和酸不溶性灰分几个质控指标, 很难反映泽泻饮片的内在质量。文献报道^[1-2] 的泽泻鉴别方法有 UV, IR 光谱法, 及以 24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B 为对照品的薄层鉴别法, 含量测定方法有薄层扫描法和高效液相色谱等方法。本课题建立了泽泻饮片中同时测定 24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B 含量的方法和饮片外观色泽定量测定的方法, 并对市场上所购泽泻饮片进行分析, 对饮片的外观色泽差、饮片外观色泽均匀性与饮片内在质量进行了定量研究, 探讨泽泻饮片质量控制方法的可行性。

[收稿日期] 20101108(008)

[基金项目] “十一五”国家科技支撑计划(2006BAI06A07-02)

[第一作者] 刘文琴, 实验师, 学士, 研究方向为中药质量分析, E-mail: liuwenqin324@163.com

[通讯作者] * 谢一辉, 教授, 硕士, 研究方向为中药活性成分分析, Tel: 0791-7118913, E-mail: xiegh6152003@yahoo.com.cn

1 仪器与试药

Agilent 1200 高效液相色谱仪 (DAD 检测器, VWD 检测器), 自动三重蒸馏水器 (上海亚荣生化仪器有限公司), 数码照相机 (索尼 T70), 光照仪 (台北得益工业仪器有限公司)。甲醇、乙腈 (山东禹王试剂有限公司), 24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B (购自上海海灿化工科技有限公司)。泽泻药材及饮片收集于江西樟树、江西广昌、福建厦门、福建泉州、四川成都、重庆、湖北黄石等地, 经我院刘庆华高级实验师鉴定为泽泻科植物泽泻 *A. orientalis* 的干燥块茎。

2 方法

2.1 饮片色度差测定方法^[3] 取泽泻炮制饮片, 随机取出 5~10 片, 平放在一张白纸上。饮片上方用标准光源 D65 光源视场颜色均匀地照射, 调节光源距离或光源电压的强弱, 使饮片表面的照度达 1 000~1 500 lx。将照相机距饮片 20 cm, 选择微拍模式; 相机视角与光源夹角小于 10 度。拍摄饮片外观的照片, 获取饮片外观信息。

用 Adobe Photoshop 9.0 分别读入各批饮片外观的色泽信息数据。选择饮片测色区域 (5~10 片饮片表面积应同时选入), 在“滤镜”菜单的“模糊”子菜单中选择“平均”。在“信息窗口”直接读取选定区域中的色泽指标数据 L, a, b 值。该法所获得的 L, a, b 值为 5~10 片饮片外观色泽的平均值。

用国际照明委员会推荐的最新色差公式 CIEDE2000 计算各饮片外观的色度差:

$$\Delta E_{ab} = \sqrt{\left(\frac{\Delta L'}{K_L S_L}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C'_{ab}}{k_c S_c}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H'_{ab}}{k_H S_H}\right)^2 + R_T \left(\frac{\Delta C'_{ab}}{k_c S_c}\right) \left(\frac{\Delta H'_{ab}}{k_H S_H}\right)}$$

式中 ΔL 为标准色与被测色的明度差, ΔC 为标准色与被测色的饱和度差, ΔH 为标准色与被测色的色调角差, S_L, S_C, S_H 分别为明度、饱和度、色调角的权重函数, K_L, K_C, K_H 为参数因子, 一般情况下均为 1。RT 为旋转函数。 ΔE_{ab} 为色度差。

2.2 饮片色度均匀性测定方法 随机选取每批饮片 50 片, 从中选择颜色最浅的 2 片、颜色最深的 2 片, 分别按 2.1 项方法获取它们的饮片色泽信息, 并计算每批饮片中最大明度差。同时统计这 50 片饮片中是否有黑斑的饮片数 (黑斑饮片为饮片边缘或部分近黑色, 或者饮片表面有大量黑点), 根据表 1 标准评分, 得到饮片均匀性信息。

2.3 饮片样品外观色泽测定

2.3.1 樟帮泽泻饮片的炮制 将炒锅加热至 260

表 1 饮片色泽均匀性评分标准

得分	10	7.5	5	2.5	0
最大明度差	$L < 15$	$15 < L < 25$	$25 < L < 30$	$30 < L < 40$	$L > 50$
黑斑饮片数	无	无	$< 10\%$	$< 30\%$	$> 30\%$

℃, 加入用蜂蜜拌匀的麦麸 40 g (已用 0.25 g 的蜂蜜搅拌均匀), 炒至麦麸冒烟, 再加入生泽泻片 250 g, 炮制 4 min, 表面呈亮黄色取出放凉, 筛去麦麸即得。

2.3.2 色泽测定 取自制泽泻饮片和各地购得的泽泻炮制饮片, 依法测定饮片外观色度差和饮片色泽均匀性。结果见表 2。

2.4 泽泻炮制饮片有效成分的含量^[3]

2.4.1 色谱条件 Diamonsil C_{18} (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相乙腈-水 (76:24), 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 30 ℃, 检测波长 208 nm。

2.4.2 对照液的制配 分别精密称取 11.5 mg 24-乙酰泽泻醇 A 对照品和 14.6 mg 23-乙酰泽泻醇 B 对照品于 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶于并加甲醇至刻度, 即得。

2.4.3 样品测定 分别取自制泽泻饮片和各地购得的泽泻炮制饮片粉末 (60 目筛) 约 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 30 mL, 称定质量, 超声 30 min, 放冷, 用甲醇补足质量, 离心, 取上清液过 0.45 μL 滤膜, 按色谱条件测定, 结果见表 2。

3 结果与讨论

表 2 数据显示, 所获泽泻饮片样品中, 饮片外观色泽的均匀性和色度差的差异较大, 均匀性最好的为 10, 最差的为 2.5, 色度差在 2~10 个色差单位 (NBS)。这可能与炮制方法不同有关。购于江西樟树和江西广昌的泽泻生品按樟帮麸炒法^[4] 炮制, 饮片色泽较好。湖南长沙等地饮片色泽较差的泽泻饮片为盐炒泽泻饮片。研究表明, 饮片均匀性可反映饮片的质量均匀程度, 色度差可反映炮制过程中饮片有效成分的损失情况。为保证泽泻饮片的临床效果, 泽泻饮片的外观色泽均匀性指标应大于 5, 饮片色度差指标宜控制在 7 个色差单位 (NBS) 之内。

泽泻炮制饮片有效成分含量测定数据显示, 不同产地的泽泻饮片中, 部分泽泻饮片 24-乙酰泽泻醇 A 的含量高, 而 23-乙酰泽泻醇 B 的含量低, 另一部分泽泻饮片正好相反, 但二者的总量差异不大。在所收集的样品中, 除湖南长沙的泽泻样品外, 二者含

表2 不同地区泽泻饮片含量和色度差测定

产地/购买地	24-乙酰 泽泻醇 A/%	23-乙酰 泽泻醇 B/%	两者含量 之和/%	饮片外观 色度差	饮片外观 色泽 均匀性
江西樟树 1 ¹⁾	0.052 11	0.073 42	0.125 5	3.423	10.0
江西樟树 2 ¹⁾	0.054 24	0.057 63	0.111 9	4.208	10.0
江西广昌 1 ¹⁾	0.060 36	0.071 30	0.131 7	2.978	10.0
江西广昌 2 ¹⁾	0.063 58	0.069 02	0.132 6	2.292	10.0
江西南昌 1	0.045 66	0.062 42	0.108 1	3.781	7.5
江西南昌 2	0.046 89	0.064 25	0.111 1	3.838	7.5
江西赣州	0.048 36	0.060 45	0.108 8	4.171	7.5
江西吉安	0.040 29	0.053 78	0.094 07	4.709	7.5
广东广州	0.041 87	0.050 91	0.092 78	5.998	7.5
福建厦门	0.030 52	0.069 63	0.100 2	5.038	7.5
福建泉州	0.039 65	0.067 54	0.107 2	5.544	7.5
福建福州	0.035 95	0.077 53	0.113 5	4.292	10.0
四川成都	0.049 76	0.030 36	0.080 12	4.709	10.0
四川绵阳	0.057 63	0.024 72	0.082 35	7.154	5.0
广西柳州	0.078 25	0.021 38	0.099 63	7.903	5.0
广西桂林	0.063 52	0.019 96	0.083 48	7.002	5.0
湖北黄石 1	0.063 94	0.025 47	0.089 41	5.772	5.0
湖北黄石 2	0.072 91	0.031 76	0.104 7	5.721	7.5
湖北武汉	0.061 09	0.026 71	0.087 80	7.169	5.0
湖南长沙	0.022 86	0.045 19	0.068 05	10.14	2.5

注: ¹⁾为购泽泻饮片生品,按樟帮法炮制工艺炮制。

量都大于 0.08%。据文献报道^[6-7]24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B 都是泽泻中的有效成分,在泽泻饮片炮制过程中,23-乙酰泽泻醇 B 会部分转化为 24-乙酰泽泻醇 A。所以,仅以 24-乙酰泽泻醇 A 或 23-乙酰泽泻醇 B 的含量作为泽泻饮片有效成分控制指标不能兼顾不同产地的泽泻饮片。泽泻炮制饮片中有有效成分应以 24-乙酰泽泻醇 A 与 23-乙酰泽泻醇 B 含量之和作为控制量较为合理,二者之和应

大于 0.08%。

将表 2 中 24-乙酰泽泻醇 A 和 23-乙酰泽泻醇 B 含量以及二者含量之和的数值,与饮片的均匀性和色度差数值进行相关分析,结果见表 3。

表3 饮片有效成分含量与饮片外观色泽信息的相关性分析

饮片外观	24-乙酰 泽泻醇 A	23-乙酰 泽泻醇 B	含量之和
色度差	-0.053 271 3	-0.680 34	-0.830 74
均匀性	-0.011 288 8	0.655 063	0.748 90

数据表明,24-乙酰泽泻醇 A 与饮片外观色度差和饮片外观均匀性都无线性相关,而 23-乙酰泽泻醇 B 和二者含量之和与饮片外观色度差负相关,与饮片外观均匀性正相关。说明饮片外观色泽与饮片内在质量具有较好的相关性。炮制过程中,控制好炮制条件,使泽泻饮片外观色泽均匀,色度金黄适中,饮片中有有效成分损失少。

[参考文献]

- [1] 龚千峰.樟树中药炮制全书[M].南昌:江西科学技术出版社,1990:10.
- [2] 吴启南,王立新,杜倩,等. UV、IR 光谱法鉴别泽泻与窄叶泽泻[J]. 中药材,2002,25(12):871.
- [3] 谢一辉,余无双,邓鹏.泽泻研究概况[J]. 亚太传统医药,2008,4(1):57.
- [4] 谢一辉,余无双,罗金龙,等. 中药饮片泽泻外观色泽信息的研究[J]. 中草药,2010,42(4):555.
- [5] 谢一辉,余无双,周丽姣,等. 泽泻不同炮制工艺及评价方法的研究[J]. 中成药,2010,32(10):1736.
- [6] 杨新波,黄正明,曹文斌,等. 泽泻提取物对正常及四氧嘧啶小鼠糖尿病模型的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2002,8(3):24.
- [7] 友广教道(日). 泽泻的研究[J]. 国外医学·中医中药分册,1997,19(5):58.

[责任编辑 邹晓翠]