

不同酸制延胡索的实验研究

王文凯^{*}, 徐彭, 杨武亮, 贾静
(江西中医学院, 南昌 330004)

[摘要] 目的: 探讨不同酸制延胡索对延胡索乙素含量及镇痛作用的影响。方法: 采用高效液相色谱法测定延胡索乙素煎出量, 热板法测量小白鼠给药前、后痛阈值。结果: 延胡索经不同酸处理对延胡索乙素煎出量有一定影响; 延胡索及不同酸制品对热板致痛小白鼠有镇痛作用。结论: 延胡索各酸制品中乙酸制品效果差, 苹果酸、盐酸制品与醋制品相比不具特色, 柠檬酸、酒石酸制品有一定优势。

[关键词] 延胡索; 酸制; 延胡索乙素; 镇痛

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)03-0026-03

An Experimental Study on Rhizoma Corydalis Processed with Different Acid

WANG Wen-kai^{*}, XU Peng, YANG Wu-liang, JIA Jing
(Jiangxi College of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

[Abstract] Objective: To probe the effects of Rhizoma Corydalis processed with different acids on both the content of tetrahydropalmatine and the analgesia by Rhizoma Corydalis. **Method:** The decoction amount of the tetrahydropalmatine was measured by HPLC. The pain threshold was measured separately before and after mice took the drug by means of the hot plate. **Result:** The different processing of Rhizoma Corydalis exerted a certain influence on the decoction amount of the tetrahydropalmatine. Rhizoma Corydalis and its different acid products had an analgesic effect on the mice causing pain by hot plate. **Conclusion:** Of all the acid products of Rhizoma Corydalis, acetic acid ones had the least satisfactory effect. The comparison between malic acid, hydrochloric acid products and acetic acid product was not clearly marked. The citric acid products and the tartaric acid products had a certain advantage over others.

[Key words] Rhizoma Corydalis; processing with acid; tetrahydropalmatine; analgesic effect

延胡索具有活血、行气、止痛的功效, 是中医临床常用药, 主含多种生物碱类成分, 其中延胡索乙素镇痛作用最强。延胡索经醋制后游离生物碱易于煎出, 《中国药典》, 《全国中药炮制规范》及各地炮制规范均将醋制法作为延胡索的主要炮制方法收载^[1-2]。由于历史等原因, 按传统习惯, 醋制选用辅料为米醋或其他发酵醋。现今, 酸的种类较多, 在医药中应用范围较广, 本文考察几种酸制延胡索对延

胡索乙素及镇痛作用的影响。

1 材料

1.1 药材 延胡索, 购于南昌市, 经作者鉴定为罂粟科植物延胡索 *Corydalis yanhusuo* W. T. Wang 的干燥块茎。

1.2 辅料 食醋, 系本市售食用“老陈醋”(山西老陈醋厂), 乙酸, 盐酸, 酒石酸(上海试剂厂一厂), 苹果酸(无锡化工有限公司), 柠檬酸(甘肃糖厂)。

1.3 试剂、对照品 延胡索乙素(中国药品生物制品检定所), 甲醇为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

1.4 仪器 Waters 高效液相色谱仪, 510 双泵, Millennium2010 色谱管理系统(V. Z. O), U6k 进样器, 996(PDA) 检测器, LXJ-II 型离心沉淀机(上海医用

[收稿日期] 20100912(001)

[通讯作者] ^{*} 王文凯, 教授, 研究方向: 中药炮制工艺及饮片质量控制, Tel: 0791-7118995, E-mail: jxwwk@yahoo.com.cn

分析仪器厂)。

1.5 动物 昆明小鼠, 体重(20 ±2) g, 雌性, 本院动物中心提供。

2 方法与结果

2.1 样品制备 取净延胡索, 分别加入食醋和一定浓度的乙酸、盐酸、苹果酸、柠檬酸、酒石酸溶液拌匀, 按《中国药典》醋延胡索项下醋炙法制备 1 ~6 号样品, 延胡索每 100 kg 用辅料 20 kg, 7 号样品为生延胡索。

2.2 延胡索乙素含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱 Hypersil ODSZ(4.6 mm ×200 mm, 5 μm), 流动相甲醇-磷酸盐溶液(5.07% 磷酸氢二钠溶液与 2.22% 磷酸二氢钠溶液等量混合稀释 10 倍)(75:25), 检测波长 280 nm, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 见图 1。

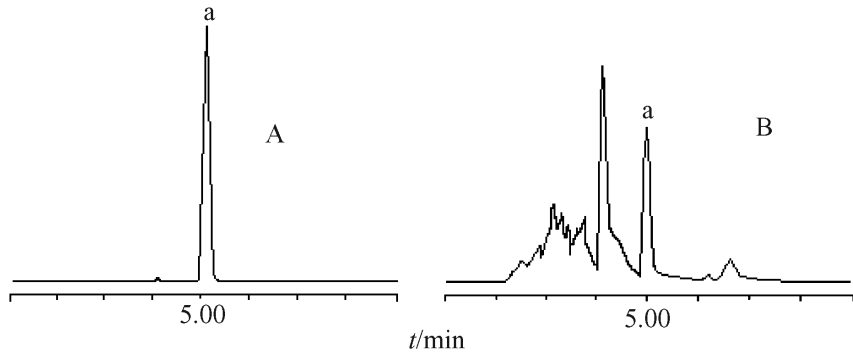


图 1 延胡索乙素含量测定 HPLC

A. 对照品; B. 延胡索样品; a 延胡索乙素

2.2.2 标准曲线的绘制 精密称取延胡索乙素对照品 1.42 mg, 置 5 mL 量瓶中, 甲醇溶解并稀释至刻度, 混匀, 分别精密吸取 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.0 μL。按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分为纵坐标, 进样量为横坐标, 绘制工作曲线, 回归方程为: $Y = 968\ 778X + 74\ 224$, $r = 0.999\ 7$ 。线性范围 0.57 ~3.42 μg。

2.2.3 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液连续进样 5 次, 测定峰面积, RSD 1.57%。

2.2.4 重复性试验 取样品 1, 照样品测定方法测定, 计算延胡索乙素的含量。将样品重复测定 5 次, RSD 2.91%。

2.2.5 加样回收率试验 精取已知含量的延胡索样品 5 份, 分别加入延胡索乙素对照品, 按样品测定方法测定, 结果, 平均回收率 98.97%, RSD 3.37%。

2.2.6 样品测定 取样品粉末(20 目筛)约 10 g, 精密称重, 置烧杯中, 加水 200 mL, 称定质量, 浸泡 20 min, 加热回流 1h, 放冷, 用水补足至原质量, 摇匀, 置离心机内离心 20 min, 滤过, 精密取滤液 50

mL, 移入分液漏斗中, 加氨水调 pH 12, 摇匀, 三氯甲烷萃取至无生物碱反应, 合并萃取液, 无水硫酸钠脱水, 水浴蒸干, 甲醇溶解并定容于 5 mL 量瓶中, 按上述色谱条件测定, 进样量 5 μL, 结果见表 1。

表 1 延胡索乙素煎出量(n=3) %

No	炮制辅料	延胡索乙素煎出量	相对煎出量
1	食醋	0.108 1	100.00
2	醋酸	0.080 4	74.38
3	盐酸	0.106 0	98.06
4	苹果酸	0.101 0	93.43
5	柠檬酸	0.130 6	120.81
6	酒石酸	0.111 8	103.42

2.3 镇痛试验 样品液的制备: 分别取 1 ~7 号延胡索样品各 20 g, 水煎 2 次(300 mL, 200 mL), 头煎煮沸 30 min, 二煎煮沸 20 min, 离心机内离心 20 min, 滤过, 浓缩制成 1 g·mL⁻¹ 的水煎液。

取痛阈在 10 ~30 s 的雌性小白鼠, 随机分为 9 组, 1 组以生理盐水灌胃给药, 2 ~8 组以 1 ~7 号样品液灌胃给药, 9 组以哌替作阳性对照, 腹腔注射给药, 剂量 0.3 mL·kg⁻¹。试验采用热板法, 恒温水浴温度(55 ±0.5), 依次测量每只动物给药前痛阈及给药 30 min, 60 min 时的痛阈, 计算痛阈提高率, 同时进行显著性检验, 结果见表 2。

表 2 对热板法致痛小鼠镇痛试验结果(珣±s)

样品	动物数/只	给药前痛阈/s	给药后痛阈提高率 /%	
			30 min	60 min
NS	15	16.3 ±4.5	34.0 ±27.0	59.0 ±36.0
样品 1	16	15.5 ±4.2	178.4 ±97.0 ^{3,5,9)}	193.8 ±105.0 ^{3,5,7)}
样品 2	15	14.8 ±3.4	164.0 ±99.6 ^{3,5,9)}	124.8 ±79.9 ^{2,6,9)}
样品 3	16	15.5 ±3.0	178.0 ±129.3 ^{3,5,9)}	216.9 ±121.1 ^{3,4,7)}
样品 4	16	17.9 ±4.5	182.1 ±89.4 ^{3,5,9)}	184.5 ±88.0 ^{3,4,8)}
样品 5	15	14.8 ±3.8	231.3 ±121.8 ^{3,4,8)}	230.5 ±114.8 ^{3,5,8)}
样品 6	15	17.1 ±5.6	223.6 ±119.8 ^{3,4,7)}	203.8 ±108.3 ^{3,4,7)}
样品 7 (生品)	16	17.5 ±4.8	130.6 ±72.9 ^{3,6)}	127.8 ±75.4 ^{2,6)}
哌替	15	15.6 ±3.3	293.8 ±95.0 ³⁾	293.8 ±95.0 ³⁾

注: ²⁾ 与 NS 组比 $P < 0.01$, ³⁾ $P < 0.001$; 与哌替组比 ⁴⁾ $P > 0.05$, ⁵⁾ $P < 0.01$, ⁶⁾ $P < 0.001$; 与 7 号样品比 ⁷⁾ $P > 0.05$, ⁸⁾ $P < 0.01$, ⁹⁾ $P < 0.05$ 。

3 小结与讨论

延胡索经不同酸处理对延胡索乙素煎出量有一定影响, 其中苹果酸、盐酸制品特别是乙酸制品延胡索乙素煎出量低于传统醋制品, 酒石酸、柠檬酸制品延胡索乙素煎出量高于传统醋制品。

聚酰胺树脂分离纯化丹参总酚酸的研究

苗建武¹, 陈绍民², 王超¹, 王莹¹, 田景振^{1*}

(1. 山东中医药大学, 济南 250355; 2. 山东省食品药品监督管理局, 济南 250013)

[摘要] 目的: 研究聚酰胺树脂分离纯化丹参总酚酸的工艺条件及参数。方法: 以丹参总酚酸的吸附量和洗脱率为指标, 确定丹参总酚酸最佳分离纯化条件。结果: 聚酰胺(60~100目)树脂分离纯化丹参总酚酸的最佳工艺条件为: 上样质量浓度为 $3.5\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, 洗脱溶剂为40%乙醇。纯化后丹参总酚酸含量为98.41%。结论: 聚酰胺(60~100目)树脂分离纯化丹参总酚酸是可行的。

[关键词] 丹参; 总酚酸; 聚酰胺树脂; 分离纯化

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)03-0028-03

Studies on Separation and Purification of Total Phenolic Acids from Salvia by Polyamide Resins

MIAO Jian-wu¹, CHEN Shao-min², WANG Chao¹, WANG Ying¹, TIAN Jing-zhen^{1*}

(1. Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China;

2. Food and Drug Administration, Shandong Province, Jinan 250013, China)

[Abstract] Objective: To optimize the separation and purification of total phenolic acids from salvia by polyamide resins. **Method:** Based on absorptive capacity and elution efficiency of total phenolic acids in salvia, the conditions to separate and purify total phenolic acids in salvia were determined. **Result:** The polyamide resin (60-100 meshes) was chosen, washed with 40% ethanol, and the optimal concentration was $3.5\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$. The purity of total phenolic acids obtained was 98.41%. **Conclusion:** Using polyamide resin (60-100 meshes) to separate and purify total phenolic acids from salvia is feasible.

[Key words] salvia; total phenolic acids; polyamide resins; separation and purification

[收稿日期] 20100413(005)

[第一作者] 苗建武, 硕士研究生, 从事中药新剂型研究, Tel: 0531-89628597, E-mail: miaojianwu123456@163.com

[通讯作者] * 田景振, 博士, 教授, 泰山学者, 博士生导师, 从事中药新剂型与新技术研究, Tel: 0531-89628597, E-mail: tianjingzhen@163.com

延胡索及不同酸制品对热板致痛小鼠有镇痛作用, 与生理盐水组比均有极显著性差异。与传统醋制品组比, 除乙酸制品(60 min)测得值较差($P < 0.05$), 其他组均无显著性差异; 与生药组比, 各种酸制品除乙酸制品(60min)痛阈提高率有所降低外, 其他制品均有提高, 其中传统醋制品(60 min)与盐酸制品(60 min)及酒石酸制品有显著性差异, 柠檬酸制品有极显著差异, 与哌替组比, 各样品组痛阈提高率均不同程度降低, 但柠檬酸、酒石酸制品组及盐酸制品(60 min)无显著性差异。

综合分析, 乙酸制品延胡索乙素煎出量及镇痛作用均属最差, 苹果酸、盐酸制品与传统醋制品相比不具特色, 柠檬酸、酒石酸制品在延胡索乙素煎出量及镇痛作用提高方面均有一定优势。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2005: 94.
- [2] 中华人民共和国药政管理局. 全国中药炮制规范[S]. 北京: 人民卫生出版社, 1988: 61.

[责任编辑 全燕]