

月月舒饮片汤剂与其免煎配方颗粒的指纹图谱比较

孔 铭^{*}, 钱大玮, 鞠建明, 朱玲英

(江苏省中医药研究院, 江苏省现代中药制剂工程技术研究中心, 江苏 南京 210028)

[摘要] 目的: 研究月月舒传统合煎液与其经过分煎制成的免煎配方颗粒混合物化学成分的差异。方法: 采用 HPLC 色谱指纹图谱方法, 比较月月舒免煎配方颗粒和月月舒汤剂两者指纹图谱的差别, 并通过相似度软件分析两者的相似性。结果: 月月舒配方颗粒中共出 15 个色谱峰, 确认出其中的 13 个色谱峰。月月舒合煎液和混合免煎配方颗粒指纹图谱的相关系数为 0.829。结论: 月月舒合煎液同其分煎制成的免煎配方颗粒中的主要化学成分组成基本相同, 其共有成分比例相近。

[关键词] 月月舒; 配方颗粒; 指纹图谱; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)03-0005-02

Comparative Study on Fingerprints of Traditional Herbs Decoction and Compatible Granules of Yueyueshu by HPLC

KONG Ming^{*}, QIAN Da-wei, JU Jian-ming, ZHU Ling-ying

(Jiangsu Academy of Traditional Chinese Medicine, Nanjing 210028, China)

[Abstract] **Objective:** To study the difference in main chemical composition between Traditional Herbs Decoction and Compatible Granules of Yueyueshu. **Methods:** Comparative Study on fingerprints of Traditional Herbs Decoction and Compatible Granules of Yueyueshu by HPLC, and applied Computer Aided Similarity Evaluation to analyze similarity. **Results:** There were 15 peaks in the fingerprints of Compatible Granules of Yueyueshu and 13 peaks were ascertained the source. The correlation of both HPLC fingerprint was 0.829. **Conclusion:** The main chemical substances and the composition's ratio of Traditional Herbs Decoction and Compatible Granules of Yueyueshu were similar.

[Key words] Yueyueshu; Granules; fingerprints; HPLC

月月舒为江苏省中西医结合医院临床常用的经验方, 由红花、当归、丹参、木香、延胡索、肉桂、三棱、莪术、五灵脂 9 味药组成, 功效为温经化瘀、理气止痛, 主要用于原发性痛经, 寒凝气滞血瘀证。通过本实验对传统合煎液和医院配药系统中常用的免煎配方颗粒的比较, 期望总结出该方“分煎”与“合煎”之间的变化^[1-5], 为免煎配方颗粒能否替代传统水煎液提供一定的理论依据。

1 仪器与试药

Waters 高效液相色谱仪 (Alliance 2695 四元泵及自动进样系统, 996 二极管阵列检测器, Empower 色谱工作站); KQ-250E 型医用超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); Millipore 纯水器。

羟基红花黄色素 A、阿魏酸、桂皮醛对照品均由中国药品生物制品检定所提供, 批号为 (111637-200502、0773-9809、110710-200212), 丹酚酸 B (自制, 液相归一化法, 质量分数为 99.05%), 甲醇为色谱醇, 水为超纯水, 配方颗粒及药材由江阴天江药业有限公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Lichrospher C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相: 起始甲醇-2% 冰醋酸 (5:95), 25 min 时, 线性变化至甲醇-2% 冰醋酸 (30:

[收稿日期] 2006-07-10

[基金项目] 江苏省社会发展项目 (BS2003055)

[通讯作者] * 孔铭, Tel: (025) 85639640; E-mail: kmawp1027@yahoo.com.cn

70), 90 min 时, 线性变化至甲醇-2% 冰醋酸(45: 55), 92 min 时, 回到甲醇-2% 冰醋酸(5: 95), 梯度结束平衡后 20 min 进入下一个样品分析; 流速为 1.0 mL/min; 柱温: 35 °C; 进样量 20 μL。

2.2 供试品溶液的制备 月月舒合煎剂: 按处方配伍量, 精密称取饮片, 加入 10 倍量蒸馏水煎煮 2 次, 过滤, 合并滤液, 蒸干, 残渣加甲醇适量, 超声提取 30 min, 过滤, 滤液浓缩并定容至 10 mL, 滤过, 取续滤液, 即得。

月月舒混合配方颗粒: 按处方配伍量, 精密称取各配方颗粒, 混合均匀, 加 10 mL 甲醇超声提取 30 min, 静置, 取上清液, 滤过, 取续滤液, 即得。

药材: 精密称取饮片, 加甲醇 10 mL, 超声提取 30 min, 静置, 取上清液, 滤过, 取续滤液, 即得。

单味配方颗粒: 取配方颗粒适量, 精密称定, 加甲醇 10 mL, 超声提取 30 min, 静置, 取上清液, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3 最佳检测波长的选择 利用二极管阵列检测器特性, 对 210~ 400 nm 每隔 10 nm 分别观察指纹图谱, 结果 290 nm 波长所得的图谱基线较稳, 分离较好, 紫外响应值合适, 且反映的信息较多, 故选择 290 nm 为测定波长。

2.4 精密度试验 取月月舒混合配方颗粒供试品溶液, 连续进样 5 次, 对主要的 15 个色谱峰, 进行了考察, 计算峰面积 RSD% 和保留时间 RSD%, 结果各峰的峰面积和保留时间的 RSD 均小于 5%。

2.5 指纹图谱中各峰的确认 以 290 nm 为检测波长, 从月月舒配方颗粒液、药材合煎液的色谱图中分辨出 15 个峰, 经过与相同波长条件下对单味配方颗粒、单味药材提取液的色谱比较, 发现由于 1 2 号峰为各药材中一些极性很大的成分, 在反相色谱柱中不保留, 因此在各个药材中均有 1 2 号峰的体现, 故无法确认属于哪个药材, 因此不将其列入相关性分析。其余色谱峰经过确认, 4 5 号峰属于红花峰, 4 号峰为羟基红花黄色素 A; 6、14 号峰属于当归, 6 号峰为阿魏酸峰; 3.7~ 13 号峰属于丹参峰, 13 号峰为丹酚酸; 15 号峰属于肉桂中桂皮醛。

2.6 月月舒合煎液和混合免煎配方颗粒指纹图谱的比较 从月月舒合煎液和混合免煎配方颗粒得的指纹图谱两图直观比较来看(见图 1), 两者有一定相似性, 同时也存在着一定的差异。以月月舒合煎液为基准, 发现月月舒混合免煎配方颗粒的色谱

中多了 3、8、9 号峰, 而 1 号峰的相对峰面积要明显高于配方颗粒, 但 6 号和 15 号峰的相对峰面积则相反, 是配方颗粒高于合煎液。应用中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2004A 版(中国药典委员)对两者的相关性进行分析, 分析结果为两者的相关性为 0.829。

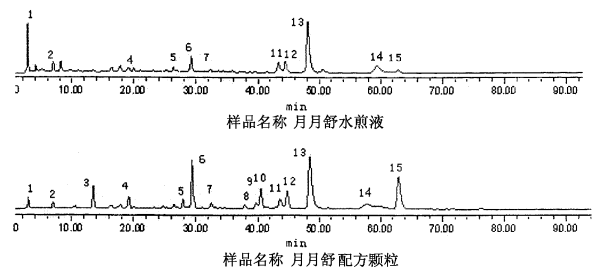


图 1 月月舒合煎液和配方颗粒提取物的 HPLC 指纹图谱

3 讨论

配方颗粒生产与实验用药材为同一批次药材, 以排除由于药材不均一而引起色谱图的差异。

从月月舒合煎液和混合免煎配方颗粒指纹图谱两图比较结果来看, 由于 6 号峰为阿魏酸, 8~ 10 号峰为丹参中特有的峰, 15 号峰为桂皮醛, 因此基本说明月月舒在合煎的过程中, 由于各药材间的相互作用, 使得某些成分的溶出减少, 而有些成分的溶出增加, 即阿魏酸和桂皮醛的量有所减少, 而丹参中某些成分进行了转化, 分析原因主要是在煎煮的过程中挥发性成分的损失和丹参中不稳定成分的转化。

月月舒合煎液和配方颗粒虽然在化学成分上少量的变化, 但两者的相似度较高, 它对分析中药方剂的应用原理具有积极的意义, 但想要确定月月舒免煎配方颗粒是否能完全替代合煎液, 还需结合药理药效和临床效果来判断。

[参考文献]

- [1] 胡柳, 栾连军, 程翼羽. 复方有效部位与组方药材指纹图谱色谱峰相关性研究[J]. 中国药学杂志, 2004, 39(12): 895-898.
- [2] 刘韶, 雷鹏, 李新中, 等. 黄连解毒汤饮片汤剂和颗粒汤剂的指纹图谱比较[J]. 中国药师, 2005, 8(2): 117-119.
- [3] 杨文字, 张艺, 李玲, 等. 灯盏细辛注射液和灯盏花素的 HPLC-DAD 对比分析[J]. 中成药, 2005, 27(2): 202-204.
- [4] 邓铁渊, 高文远, 陈海霞, 等. 中药复方合煎与分煎的差异性研究进展[J]. 中草药, 2005, 36(12): 1909-1911.
- [5] 王政, 谢素治. 中药配方颗粒和传统饮片的化学成分及药效学研究概述[J]. 海峡药学, 2004, 16(2): 78-80.