

# 六味地黄处方饮片和不同粉碎条件下微粉水提物 中丹皮酚含量的比较

司 南, 王宏洁, 边宝林  
(中国中医研究院中药研究所, 北京 100700)

**摘要:** 目的: 比较相同提取条件下六味地黄饮片及各个粉碎程度的微粉样品水浸出物及丹皮酚含量的变化特点; 方法: 运用热浸法测定并比较饮片及各个粉末的水浸出物; 以高效液相色谱法测定样品中丹皮酚含量<sup>[1]</sup>; 结果: 在该实验条件下可以较好的测定水浸出物以及丹皮酚含量; 结论: 在相同提取条件下, 微粉化条件不同, 对六味地黄饮片水浸出物量无显著影响, 而经过粉碎后的微粉样品中丹皮酚提取率则高于饮片。

**关键词:** 六味地黄; 超微粉碎; 浸出物; 丹皮酚; 含量测定

**中图分类号:** R283.6    **文献标识码:** B    **文章编号:** 1005-9903(2005)06-0028-02

六味地黄丸是由熟地黄、山茱萸、牡丹皮、山药、茯苓、泽泻六味组成。滋阴补肾, 主要用于肾阴亏损, 头晕耳鸣, 腰膝酸软, 骨蒸潮热, 盗汗遗精, 口干口渴。牡丹皮<sup>[1]</sup> 为毛茛科植物牡丹 *Paeonia suffruticosa Andr.* 的干燥根皮, 其主要成分为丹皮酚 Paeonol。

超微粉化技术是应用于中药领域中的一项新技术。中药材经过超微粉碎后, 粒度均匀细密, 并可使细胞壁破碎, 因而增加了药材的比表面积, 理论上有利于药物有效成分的溶出, 增加药材有效成分的提取率。然而, 由于不同药材所含成分类型不同, 在实际生产中, 药材经过超微粉碎后, 将会对其中一些成分产生一定影响, 特别是挥发性成分。本文就以丹皮酚及水浸出物为指标, 探求在相同提取条件下六味地黄原饮片及经过不同超微粉碎的微粉样品中有效成分的变化情况。

## 1 仪器与材料

**1.1 药品试剂** 六味地黄饮片及微粉粉末由同仁堂制药有限公司提供; 丹皮酚对照品(批号 0708-9704) 购于中国药品生物制品检定所; 甲醇(优级纯)(北京化工厂); 高纯水一本所分析室自制。

**1.2 仪器** 安捷伦 1100 型高效液相色谱仪, LD5-2A 型低速离心机(北京医用离心机厂), 98-1-B 型电子调温电热套(天津市泰斯特仪器有限公司)

## 2 实验方法

**2.1 各样品水浸出物含量的测定<sup>[1]</sup>** 精密称取各个样品粉末 2g, 精密加入蒸馏水 40mL, 称重, 100℃ 回流提取 1h, 补重, 5000rpm/min 离心 5min, 倾出上清液, 残渣同法处理; 合并两次上清液, 精密移取此混合溶液 25mL, 于蒸发皿中, 水浴蒸干, 105℃ 烘烤 3h, 迅速取出, 于干燥器中放至室温, 迅速称重, 计算其浸出物含量(%). 原饮片及 16 个微粉样品浸出物含量 RSD% = 4.53%, 无显著差异。结果见表 1。

表 1 六味地黄原饮片及不同粉碎程度粉末样品浸出物及丹皮酚含量

编号 (#)	样品 烘干时间	各个样品浸出物 粉碎时间 (%)	测得丹皮酚 平均含量(mg/g)
0	原饮片		0.48
1	—	1min	0.69
2	—	5min	0.95
3	—	10min	0.45
4	—	20min	0.93
5	1h	1min	0.37
6	1h	5min	0.62
7	1h	10min	0.31
8	1h	20min	0.27
9	2h	1min	0.41
10	2h	5min	1.06
11	2h	10min	1.27
12	2h	20min	1.03
13	4h	1min	1.11
14	4h	5min	0.51
15	4h	10min	0.93
16	4h	20min	0.98

**2.2 各样品中丹皮酚含量的测定<sup>[1]</sup>** 色谱条件  
色谱柱: YMC ODS-C<sub>18</sub> 4 μm × 150mm, 流动相: MeOH:

H<sub>2</sub>O (1: 1), 柱温: 25 °C, 检测波长: 274nm, 流速: 1.0mL/min。对照品溶液的制备精密称取丹皮酚对照品 1mg, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 MeOH 定容, 0.45μm 微孔滤膜滤过, 即得。

标准曲线的绘制 分别吸取以上对照品溶液 1.2 4.8 16μL 注入 HPLC, 按色谱条件测定。以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 线性回归方程:  $Y = 5.529 \times 10^3 X - 2.526$ ,  $r = 0.99994$ 。线性范围: 0.01 ~ 0.17mg/mL;

供试品溶液的制备及测定 精密称取复方六味地黄原饮片及各个微粉样品各 2g, 分别加入蒸馏水 1000mL, 水蒸气蒸馏提取, 收集馏出液并混合均匀, 0.45μm 微孔滤膜滤过作为待测样品, HPLC 测定。结果见表 1。

### 3 实验结果

经过以上试验, 测定结果总结如表 1。

### 4 讨论

我们还对六味地黄饮片以及经不同条件超微粉碎后微粉样品进行了最佳提取温度、最佳加液量、最

佳提取次数、最佳提取时间的考察, 最终确定浸出物最佳条件为: 蒸馏水 20 倍量, 100 °C 回流提取 60min, 提取 2 次; 以及丹皮酚水蒸气蒸馏最佳加液量——药材: 蒸馏水 = 1: 500。

根据以上测定结果可以看出六味地黄饮片及各个微粉样品的浸出物得率并无显著差异; 但是相同提取条件下各微粉样品丹皮酚提取率多高于饮片, 其中以烘干 1h 的微粉样品提取率最低; 此结果表明, 经过超微粉碎处理的六味地黄饮片, 其中丹皮酚的提取率多高于饮片, 即超微粉碎技术能够增加有效组分的溶出; 但是粉碎度与提取率并不呈线性关系。要得到提取率最高的最佳粉碎度, 还需要做大量、细致的实验工作。

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化工出版社, 2000. 137, 416.
- [2] 许济群, 王绵之, 李飞. 方剂学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1983. 104-105.