

# 白芍浸泡软化过程的研究

赫炎<sup>1\*</sup>, 孙洁<sup>1</sup>, 赫北湘<sup>2</sup>, 唐力英<sup>1</sup>, 王祝举<sup>1</sup>

(1. 中国中医研究院中药研究所, 北京 100700; 2. 中国医科大学, 辽宁 沈阳 110001)

**[摘要]** 目的: 探讨白芍水浸软化过程中, 水浸时间对其浸出物及芍药苷含量的影响; 方法: 以白芍个子的吸水量软化程度指标, 通过模拟饮片生产的软化过程, 对白芍个子软化的经时变化, 进行实验考察; 同时以 HPLC 测定芍药苷含量。结果: 白芍浸泡 36h 时, 药材的浸出物和芍药苷含量虽有下降, 但变化不大; 浸泡 36h 后, 浸出物和芍药苷含量下降。以吸水量作为软化指标, 白芍个子药材浸泡 36h 基本达到软化和可被切制程度。结论: 白芍个子药材浸泡 36h 左右, 药用物质流失较少。

**[关键词]** 白芍; 白芍软化; HPLC

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2006)01-0018-02

白芍为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根。味苦、酸, 性微寒。具有平肝止痛, 养血调经, 敛阴止汗的功效。中医临床用于头痛眩晕, 胁痛, 腹痛, 四肢挛痛, 血虚萎黄, 月经不调, 自汗, 盗汗等。芍药苷是其中比较明确的有效成分之一。白芍药用多用炮制品。

现行的白芍炮制方法有酒炒制, 其次是炒制、麸炒制、炒焦、土炒制、醋炒制, 酒麸炒和炒炭。在制法上虽然全国尚不统一, 但对白芍个子药材的软化, 是白芍炮制的必备过程。目前, 各省市的炮制规范均采用水浸软化。一般是以浸泡至 6~7 成透为软化指标<sup>[1~4]</sup>。实际操作起来往往因水浸时间长短不等, 造成药材物质基础的流失差别不一。从工艺过程质量控制的规范化角度, 有必要对其数量化。我们以白芍个子的吸水量软化程度指标, 通过模拟饮片生产的软化过程, 对白芍个子软化的经时变化, 进行了实验考察。同时也对其浸出物及芍药苷含量的改变进行了实验研究。

## 1 仪器与试剂

Waters 600 型四元液相色谱泵, 996 型光电二极管阵列检器, Millennium 2010 色谱管理系统; Sartorius 2004MP 型电子微量天平, 甲醇(HPLC 级, Fisher), 其它试剂均为分析纯。芍药苷购自中国药品生物制品检定所(批号为 0736-200219)。

## 2 吸水量检测方法

取安徽产白芍个子 150g(由安徽沪谯饮片厂提供)放置容器内, 定量加水至盖过白芍(加水量约白芍个子 2.5 倍重, 具体可视容器形状和室温而定)。同时, 为排除水分自然挥发的影响, 以相同容器加相同水量做平行对照; 另以相同容器、相同白芍个子用量用相同水量浸泡, 供样品取样用。分别在 7.3, 22, 39, 48h 不同时段, 测定白芍个子对水的吸收量。同时分别在 12, 36, 72h 从供样品取样的容器内取出适量白芍个子, 检测其浸出物及芍药苷含量。

## 3 芍药苷及浸出物含量测定

**3.1 芍药苷含量测定** 色谱条件 Diamonsil C<sub>18</sub> 5 $\mu$ m, 4.6mm × 250mm 色谱柱, 柱温: 25℃, 流动相: 甲醇-水-冰乙酸(33: 67: 0.2), 流速 1mL·min<sup>-1</sup>。色谱图见图 1。

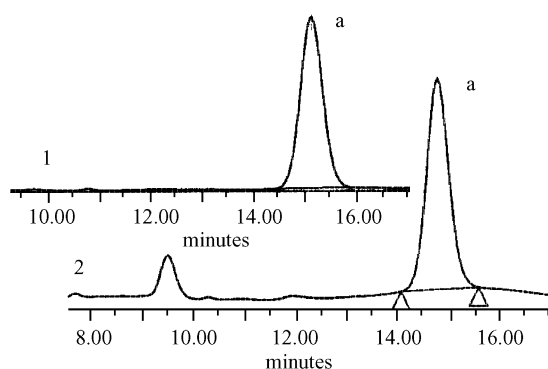


图 1 对照品及样品色谱图

1. 芍药苷对照品; 2. 样品; a. 芍药苷

线性关系试验 精密称取芍药苷对照品 3.15 mg, 用甲醇溶解, 定容于 10 mL 量瓶中。分别进样 2, 4, 6, 8, 10 $\mu$ L, 测定峰面积。以芍药苷进样量为横坐

[收稿日期] 2005-03-22

[通讯作者] 赫炎, (010) 64014411-2975

标,峰面积为纵坐标,求得回归方程  $Y = 1.621 \times 10^6 X + 2.503 \times 10^4$ ,  $r = 0.9999$ 。对照品进样量在 0.63~ 3.15 $\mu$ g 范围与峰面积呈线性。

**精密性试验** 取供试品溶液连续 5 次进样,进样量 5 $\mu$ L,测定峰面积。芍药苷峰面积的相对标准偏差为 1.2%。

**样品溶液的稳定性试验** 取新鲜制备的样品溶液,室温放置,于 0, 1, 2, 3, 6, 24h 分别测定含量,结果相对标准偏差为 2.0%。

**重复性试验** 同一批样品取样 5 份,平行测定,结果相对标准差为 2.4%。

**回收率试验** 精密称取芍药苷 4.47mg,用甲醇定容至 50mL,容量瓶中,为对照品溶液。精密称取 5 份已知含量的白芍饮片粉末(过 60 目筛),每份 50mg,置 10mL 容量瓶中,分别加入对照品溶液 5mL,再加入 5mL 甲醇,摇匀,按“供试品溶液的制备”项下方法制备。精确吸取供试液 5 $\mu$ L,在高效液相色谱仪上测定,计算回收率,结果如表 1 所示。

表 1 加样回收率测定结果(n=5)

编号	M <sub>药材</sub> (mg)	M <sub>样品</sub> (mg)	M <sub>实测</sub> (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	53.52	0.4763	0.9148	98.1		
2	54.52	0.4852	0.9216	97.6		
3	53.87	0.4794	0.9150	97.4	98.9	2.4
4	52.93	0.4711	0.9320	103.1		
5	51.25	0.4561	0.8960	98.4		

**样品测定** 取样品粉末约 0.5g,精密称定,置 20mL 容量瓶中,准确加入甲醇 18mL,浸泡 4h,超声处理 30min,放置室温,加甲醇至刻度,摇匀滤过,取滤液,作为样品溶液。分别精密吸取对照品溶液和样品溶液 5 $\mu$ L 进样分析。

**3.2 浸出物含量测定** 按中国药典浸出物含量热浸法测定浸出物含量<sup>[5]</sup>。

#### 4 结果

白芍软化过程中的吸水量见图 2,软化过程中浸出物及芍药苷含量见表 2。

表 2 浸泡过程中浸出物及芍药苷变化

检测项	浸 0h	浸 12h	浸 36h	浸 72h
浸出物	15.1	15.3	14.2	12.5
芍药苷	0.97	0.91	0.93	0.88

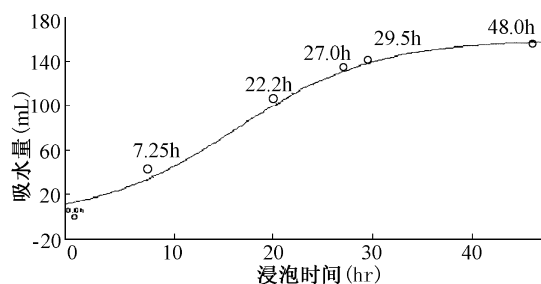


图 2 白芍浸泡软化过程中的吸水量

表 2 说明在白芍浸泡的前 36h,药材的浸出物和芍药苷含量虽有下降,但变化不大,而达 36h 后,浸出物含量开始出现明显下降。同时芍药苷含量在 36h 后也呈下降趋势。以吸水量作为软化指标(图 2),在白芍浸泡软化 36h 时,安徽产的白芍个子基本达到软化和可被切制程度。因此,如将浸泡控制在一定时间内,可以大大减少浸泡造成的药材物质基础的流失。

#### 5 讨论

中国药典<sup>[5]</sup> 收录的白芍饮片品种有白芍,酒白芍和炒白芍。白芍软化是生产白芍片、酒白芍和炒白芍重要环节。各省市的炮制规范均采用水浸软化<sup>[1~5]</sup>。细化软化浸泡时间,规范软化工艺是直接控制药用物质流失关键。由于个子药材的吸水量与其软化程度有密切相关,在软化过程中,通过对个子药的吸水量经时变化,可以反映药材软化程度变化。因此在药材可切的前提下,以浸出物及芍药苷含量流出最少为目标函数,结合药材的吸水量的经时变化对水浸软化进行实验优化,建立合理的浸泡时间参数,有助于减少药材物质基础的流失。从而保证临床用药可获得稳定的疗效。

#### [参考文献]

- [1] 安徽省卫生厅. 安徽饮片炮制手册[S]. 1974. 11.
- [2] 河南省卫生局. 河南省中药材炮制规范[M]. 郑州: 河南科学技术出版社. 1982. 67.
- [3] 四川省卫生厅. 四川省中药饮片炮制规范[S]. 1984. 40.
- [4] 北京市卫生局. 北京市中药炮制规范[S]. 1986. 24.
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005. 68.