

干燥方法对龙胆炮制品中龙胆苦苷含量的影响[△]

许秋霞^{1*}, 李小芳², 舒予², 刘玲², 文怡静², 吴珊²(1.重庆医科大学中医药学院, 重庆 401331; 2.成都中医药大学中药资源系统研究与开发利用省部共建国家重点实验室培育基地, 成都 611137)

中图分类号 R284.1; R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)07-0622-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.07.17

摘要 目的:研究干燥方法对龙胆炮制品中龙胆苦苷含量的影响规律。方法:以龙胆苦苷含量为指标,以原药材含量为对照,采用高效液相色谱法测定并比较不同贮藏期阴干、自然晒干、烘干3种干燥方法对龙胆苦苷含量的影响。色谱柱为Dikama C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为甲醇-水(3:7, V/V),柱温为25℃,检测波长为275 nm,流速为1.0 ml/min,进样量为5 μl。结果:自然贮藏过程中,龙胆炮制品中龙胆苦苷含量在贮藏3个月后骤降并随即保持稳定;不同干燥方法所得龙胆苦苷含量:阴干>烘干>自然晒干。结论:虽然干燥方法以阴干最佳,但基于生产实际,建议采用稳定可控的烘干方法。

关键词 龙胆炮制品;龙胆苦苷;阴干;自然晒干;烘干;贮藏;含量

Influence of Drying Methods on the Content of Gentiopicroside in *Gentiana scabra* Processed Products

XU Qiu-xia¹, LI Xiao-fang², SHU Yu², LIU Ling², WEN Yi-jing², WU Shan²(1.TCM College of Chongqing Medical University, Chongqing 401331, China; 2. State Key Laboratory Breeding Base of Development and Utilization of TCM Resource System, Ministry of Education, Chengdu University of TCM, Chengdu 611137, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study influence of drying methods on the content of gentiopicroside in *Gentiana scabra* processed products. METHODS: Using the content of gentiopicroside as index, crude drugs as control, the influence of different drying methods, such as shade drying, natural drying and drying by heat, on the content of gentiopicroside were determined by HPLC. The determination was performed on Dikama C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm) column with mobile phase consisted of methanol-water (3:7, V/V) at the flow rate of 1.0 ml/min. The column temperature was set at 25℃, and the detection wavelength was set at 275 nm. The injection volume was 5 μl. RESULTS: In the natural storage process, the content of gentiopicroside in *G. scabra* processed products dropped abruptly and kept stable immediately after 3 months of storage. The content of gentiopicroside by different drying methods: shade drying>drying by heat>natural drying. CONCLUSION: Shade drying is the best drying method. Based on actual production, it is suggested to use stable and controllable drying by heat.

KEY WORDS *Gentiana scabra* processed products; Gentiopicroside; Shade drying; Natural drying; Drying by heat; Storage; Content

龙胆为龙胆科植物条叶龙胆(东北龙胆)*Gentiana manshurica* Kitag.、龙胆(粗糙龙胆)*G. scabra* Bge.、三花龙胆*G. triflora* Pall.或滇龙胆*G. rigescens* Franch.的干燥根和根茎^[1]。龙胆苦苷是龙胆的主要有效成分,现代药理研究表明,它具有显著的肝脏保护、抗炎、抗病原微生物、中枢兴奋及健胃利胆等作用^[2]。龙胆苦苷具有强烈的苦味活性,是龙胆苦味成分的物质基础,该成分极性较大,稳定性较差^[3]。有文献^[4]报道,不同干燥方法对龙胆苦苷的含量存在影响。鉴于此,笔者采用高效液相色谱(HPLC)法测定并比较不同贮藏期阴干、自然晒干、烘干3种干燥方法对龙胆炮制品中龙胆苦苷含量的影响,为提高龙胆炮制品的质量和寻找其有效的贮藏方法提供依据。

1 材料

1.1 仪器

HP1100型HPLC仪,含二极管阵列检测器、自动进样器、柱温箱(美国惠普公司);BP61型万分之一电子天平(德国Sartorius公司);KQ3200E型医用超声波清洗器(昆山市超声仪

器有限公司,功率:150 W,频率:40 kHz)。

1.2 药材

龙胆药材购自成都荷花池中药材市场,由成都中医药大学卢先明教授鉴定为龙胆*G. scabra* Bge.的干燥根和根茎。

1.3 试剂

龙胆苦苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号:0770-200106);甲醇为色谱纯,水为纯净水,其他试剂均为分析纯。

2 生品及其炮制方法

2.1 生品

取原药材,除去杂质及泥沙,即得。

2.2 阴干

取原药材,除去杂质及泥沙,水洗30 s,置阴凉通风处阴干,即得。

2.3 自然晒干

取原药材,除去杂质及泥沙,水洗30 s,自然晒干,即得。

2.4 烘箱干燥

取原药材,除去杂质及泥沙,水洗30 s,60℃烘箱中干燥1 h,即得。

△基金项目:国家“十五”攻关项目资助(No.2001BA701A55-45)

*副教授。研究方向:中药制剂。E-mail:denxu1963@126.com

3 含量测定方法

3.1 色谱条件

色谱柱: Dikama C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(3:7, V/V); 柱温: 25 ℃; 检测波长: 275 nm; 流速: 1.0 ml/min; 进样量: 5 μl。

3.2 供试品溶液的制备

分别取原药材及经不同干燥方法炮制后的龙胆粉末各0.5 g, 置锥形瓶中, 加甲醇10 ml, 称定质量, 超声15 min, 再称质量, 用甲醇补足失质量, 精密移取2 ml, 以甲醇定容于10 ml量瓶中, 滤过, 备用。

3.3 线性关系考察

分别精密称取龙胆苦苷对照品0.5、1、2、4、5、6 mg, 置于5 ml量瓶中, 分别用甲醇定容, 滤过, 即得系列对照品溶液, 按上述色谱条件进样, 测定峰面积。以峰面积积分值(y)对质量浓度(x)进行线性回归, 得回归方程为 $y=19.204\ 275\ 2+11\ 881.269\ 421x$ ($r=0.999\ 9, n=6$)。结果表明, 龙胆苦苷的质量浓度在0.1~1.2 mg/ml范围内与峰面积积分值呈良好线性关系。

3.4 精密度的试验

取同一对照品溶液(0.2 mg/ml)5 μl, 重复进样5次, 测定峰面积。结果, RSD=0.61% ($n=5$), 表明仪器精密度良好。

3.5 稳定性试验

取同一供试品溶液5 μl, 分别于0、1、2、4、8 h进样, 测定峰面积。结果, RSD=1.09% ($n=5$), 表明供试品溶液在8 h内稳定性良好。

3.6 重复性试验

取同一批样品适量, 共6份, 分别按“3.2”项下方法制备供试品溶液, 照上述色谱条件测定峰面积并计算样品含量。结果, 每1 g样品中平均含龙胆苦苷28.67 mg, RSD=0.71% ($n=6$), 表明本方法重复性良好。

3.7 加样回收率试验

取已知含量的样品约0.5 g, 共9份, 每3份分别加入龙胆苦苷对照品11.81、14.64、17.52 mg, 按“3.2”项下方法制备供试品溶液, 照上述色谱条件进样测定, 计算加样回收率。结果, 平均加样回收率为98.75%, RSD=1.57% ($n=9$)。

3.8 样品含量测定

取各待测样品适量, 分别按“3.2”项下方法制备供试品溶液, 照上述色谱条件测定峰面积并计算不同贮藏期不同干燥方法所得样品中龙胆苦苷的含量, 结果分别见表1、图1~图4。

表1 不同干燥方法所得龙胆中龙胆苦苷的含量变化(mg/g)

Tab 1 Content of gentiopicroside in *G. scabra* by different drying methods (mg/g)

样品	11月份(刚购进)	次年1月份	次年2月份	次年3月份
原药材	62.00	61.79	43.50	41.50
阴干品	62.00	58.43	41.03	35.56
自然晒干品	62.00	45.07	30.88	32.39
烘干品	62.00	46.83	35.26	34.83

4 讨论

由图1可见, 龙胆在贮藏过程中, 11月份~次年1月份的龙胆苦苷含量变化不大, 但3个月后又出现含量骤降的情况。原因可能是由于气温的逐渐升高和湿度的加大造成了龙胆苦苷的不稳定; 同时, 药材自身的酶解也是一个因素。

由图2、图3、图4可知, 阴干方式相对原药材来说含量变化一直不大, 但阴干条件不宜控制, 不适宜大生产, 实际意义

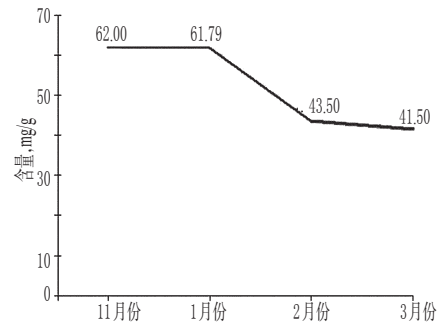


图1 不同贮藏期龙胆原药材中龙胆苦苷的含量变化

Fig 1 Content of gentiopicroside in *G. scabra* in different storage periods

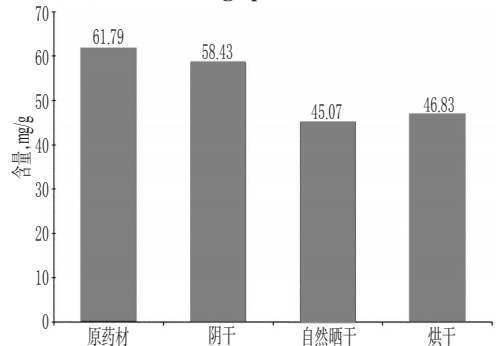


图2 1月时不同干燥方法对龙胆苦苷含量的影响

Fig 2 Effects of different drying methods on the content of gentiopicroside in January

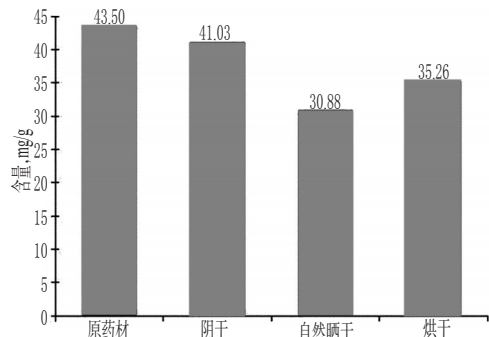


图3 2月时不同干燥方法对龙胆苦苷含量的影响

Fig 3 Effects of different drying methods on the content of gentiopicroside in February

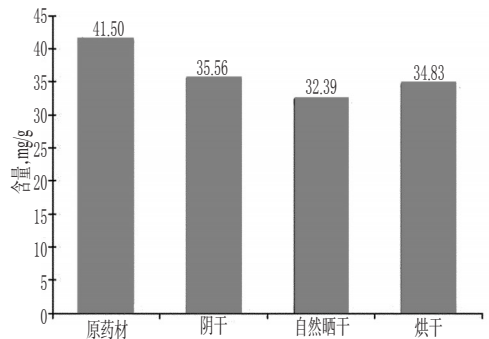


图4 3月时不同干燥方法对龙胆苦苷含量的影响

Fig 4 Effects of different drying methods on the content of gentiopicroside in March

不大; 自然干燥相对原药材来说含量下降最大, 影响了药材质

黄连的3D-HPLC特征指纹图谱研究^Δ

岳清洪*, 唐 策, 杨永东, 范 刚, 赖先荣, 邝婷婷, 张 艺[#](成都中医药大学民族医药学院, 成都 611137)

中图分类号 R284.1;R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2013)07-0624-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2013.07.18

摘要 目的:对不同黄连品种、不同产地味连中生物碱类成分进行比较分析,并建立其3D-高效液相色谱(HPLC)特征指纹图谱。方法:采用HPLC-二极管阵列检测器(DAD)法。色谱柱为Xtimate™ C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为30 mmol/L碳酸氢铵溶液(含0.1%三乙胺、0.7%氨水)-乙腈(梯度洗脱),检测波长为200~400 nm,柱温为30 ℃,流速为1.0 ml/min。利用相似度评价软件和SPSS 18.0软件对31批味连、6批雅连、4批云连270 nm波长下的指纹图谱进行相似度评价和聚类分析。结果:建立了黄连的3D-HPLC-DAD指纹图谱,共得到11个特征指纹峰,其共有峰面积占总峰面积的90%以上。通过与对照品对照,标定了木兰花碱、盐酸药根碱、盐酸非洲防己碱、盐酸表小檗碱、盐酸黄连碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱7种生物碱类成分。其中,盐酸表小檗碱含量的差异是3种黄连主要的鉴别特征。结论:本方法具有良好的精密性、稳定性和重复性,建立的特征指纹图谱可以作为黄连质量评价的主要依据之一。

关键词 道地药材;黄连;3D-高效液相色谱-二极管阵列检测器法;特征指纹图谱;生物碱

Study on 3D-HPLC Characteristics Fingerprints of *Coptidis Rhizoma*

YUE Qing-hong, TANG Ce, YANG Yong-dong, FAN Gang, LAI Xian-rong, KUANG Ting-ting, ZHANG Yi (College of Ethnic Medicine, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To analyze the alkaloids component of various *Coptidis Rhizoma* from different producing areas, and to establish 3D-HPLC characteristics fingerprints. METHODS: HPLC-DAD was adopted. The determination was performed on Xtimate™ C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm) column with mobile phase consisted of 30 mmol/L ammonium hydrogen carbonate solution (including 0.1% triethylamine, 0.7% ammonia water)-acetonitrile (gradient elution) at the flow rate of 1.0 ml/min. The detection wavelength was set at 200-400 nm and column temperature was 30 ℃. The similarity evaluation and cluster analysis were carried out to obtained fingerprints of 31 batches of *Coptis chinensis*, 6 batches of *C. deltoidea*, 4 batches of *C. teeta* at 270 nm by similarity evaluation software and SPSS18.0 software. RESULTS: 3D-HPLC-DAD fingerprints of *Coptidis Rhizoma* were set up to obtain 11 characteristic fingerprint peaks; the common peak area took up over 90% of total peak area. 7 kinds of alkaloids were demarcated by comparing with substance control, such as magnoflorine, jateorrhizine hydrochloride, palmatine hydrochloride, epiberberine hydrochloride, coptisine hydrochloride, palmatine hydrochloride and berberine hydrochloride. Content difference of epiberberine hydrochloride was symbolic feature of 3 kinds of *Coptidis Rhizoma*. CONCLUSION: The method is accurate, stable and reproducible. The established characteristic fingerprints can be taken as one of main criteria of quality evaluation of *Coptidis Rhizoma*.

KEY WORDS Genuine medicinal materials; *Coptidis Rhizoma*; 3D-HPLC-DAD; Characteristic fingerprints; Alkaloid

量;烘干方式对龙胆苦苷含量的影响居中,在初期影响较大,后期较小,但几乎能一直保持相对稳定,利于质量控制。总体而言,不同干燥方法对龙胆苦苷含量的影响:阴干<烘干<自然干燥。

由本试验结果可知,随着龙胆原药材中龙胆苦苷含量降低,龙胆苦苷受干燥方法影响的变化渐小,但含量下降到一定程度后即保持稳定的原因有待进一步研究。实际生产中,由

Δ 基金项目:国家科技支撑计划项目资助(No.2007BAI40B05; No.2007BAI40B03);四川省支撑计划项目资助(No.2008SZ0045);成都中医药大学基金资助项目(No.ZRZD201103;No.ZRYB201117)

* 硕士研究生。研究方向:中药质量标准及药效物质基础。E-mail: qinglinjoy@126.com

通信作者:研究员,博士研究生导师,博士。研究方向:中药及民族药的系统开发。电话:028-61800274。E-mail: 9006zmy@sina.com

于药材购进后未必及时使用,为满足更广泛的生产和使用,建议采用烘干方式炮制,以保持龙胆苦苷含量稳定、质量可控。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:89.
- [2] 曹斐华,李冲.龙胆属植物化学成分及药理作用的研究进展[J].中国新药杂志,2008,17(1):27.
- [3] 曹悦,左代英,孟庆龙,等.不同采收期和加工方法对龙胆药材含量的影响[J].中国药事,2010,24(1):75.
- [4] 饶高雄,普建英,高运玲,等.加工方法对龙胆生药中龙胆苦甙含量的影响[J].云南中医学院学报,2002,25(2):1.

(收稿日期:2012-03-07 修回日期:2012-10-11)