

陈皮压制饮片的煎煮质量评价[△]

贺宝莹^{1*}, 王聪颖¹, 唐安玲¹, 宋英^{2#}, 李园园¹(1.成都中医药大学药学院, 成都 610075; 2.成都中医药大学附属医院, 成都 610072)

中图分类号 R283.1;R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2014)47-4467-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2014.47.17

摘要 目的:评价陈皮压制饮片的煎煮质量。方法:采用传统煎煮法,以橙皮苷含量和干膏率为评价指标,考察陈皮压制饮片和普通饮片的煎煮溶出情况及二者在中药复方中的煎煮溶出情况。采用高效液相色谱法测定橙皮苷的含量;采用相似因子 f_2 法比较二者溶出曲线的相似性。结果:在单味饮片和复方的煎煮中,压制饮片的干膏率和橙皮苷含量均高于普通饮片,但差异无统计学意义($P>0.05$); f_2 相似因子比较结果 $f_2=82$,表明压制饮片和传统饮片溶出行为相似。结论:陈皮压制饮片不影响陈皮的煎煮溶出效果,且有效成分橙皮苷的含量较高,并具有易于运输、贮藏等优点,符合中药现代化的要求。

关键词 陈皮;压制饮片;橙皮苷;干膏收率; f_2 相似因子;煎煮;质量评价

Evaluation of Decoction Quality of Compressed *Citrus reticulata* Blanco Decoction Pieces

HE Bao-ying¹, WANG Cong-ying¹, TANG An-ling¹, SONG Ying², LI Yuan-yuan¹(1.Pharmacy College, Chengdu University of TCM, Chengdu 610075, China; 2.The Affiliated Hospital of Chengdu University of TCM, Chengdu 610072, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To evaluate decoction quality of Compressed *Citrus reticulata* Blanco decoction pieces. METHODS: The method of traditional decoction was adopted. The content of hesperidin and yield of dry extract were used as an index to investigate the decoction quality of compressed and common decoction piece of *C. reticulata* Blanco in *C. reticulata* Blanco decoction and TCM compound prescription decoction. The content of hesperidin was determined by HPLC. The similarity of dissolution curves were compared with similarity f_2 . RESULTS: The content of hesperidin and yield of dry extract in compressed *C. reticulata* Blanco pieces were a little higher than common ones in the *C. reticulata* Blanco decoction and TCM compound prescription decoction; there was no statistical significance ($P>0.05$). Dissolution behavior was similar between compressed decoction pieces and traditional decoction pieces through comparison of f_2 similarity factor ($f_2=82$). CONCLUSIONS: Compressed *C. reticulata* Blanco Reticulate decoction pieces doesn't affect the decoction quality of *C. reticulata* Blanco, and the content of effective ingredient hesperidin is in high level. It is easy to transport and store, and in line with the requirements of TCM modernization.

KEYWORDS *Citrus reticulata* Blanco; Compressed decoction pieces; Hesperidin; Yield of dry extract; f_2 similarity factor; Decoction; Quality evaluation

压制饮片是一种新专利技术,可大大缩小饮片体积,适宜机械化生产,有利于后期包装和调剂,同时解决了花类、全草类、叶类及部分质轻或不规则饮片等因密度小、流动性差、体积大造成的生产、包装、贮藏、运输、调剂等环节的困难^[1-2]。陈皮为临床常用中药,也是皮类药材的代表,具有理气健脾、燥湿化痰的功效^[3]。本研究以干膏率和橙皮苷含量为评价指标,通过考察陈皮压制饮片的单味饮片和在中药复方(本研究采用的是一种临床经验方)中的煎煮情况,以及不同时间点的溶出情况,对陈皮压制饮片煎煮质量进行评价。

1 材料

1.1 仪器

LC-20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司);浙江大学N2000(sp1)工作站(浙江大学智达信息工程有限公司);

△基金项目:四川省科技支撑计划项目(No. 2011SZ0311)

* 硕士研究生。研究方向:中药新制剂、新剂型、新技术。

E-mail: hebaoying126@126.com

通信作者:教授,主任药师。研究方向:中药新制剂、新剂型、新技术。电话:028-87783257。E-mail: songying624@163.com

JA2003型电子天平(上海精科天平);BP211D型十万分之一分析天平(德国赛多利斯公司);中药饮片压制机(成都力士液压制造有限公司);ASI0200型超声波清洗器(天津奥特赛斯仪器有限公司)。

1.2 试剂

橙皮苷(批号:110721-201115,中国食品药品检定研究院);甲醇为色谱纯;水为重蒸水;其余试剂均为分析纯。

1.3 药材

陈皮饮片(批号:120516)购自四川省中药饮片有限责任公司;陈皮压制饮片由陈皮饮片压制而得。

2 方法与结果

2.1 橙皮苷的含量测定

2.1.1 色谱条件 色谱柱:Comatex-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-乙酸-水(30:4:66, V/V/V);流速:1 ml/min;检测波长:283 nm;柱温:室温;进样量:10 μl。

2.1.2 对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量,经五氧化二磷室温减压干燥12 h后,精密称定,加适量甲醇超声(功率:250 W,频率:40 kHz)溶解,冷却,稀释至刻度,摇匀,制成质量

浓度为0.169 2 mg/ml的橙皮苷对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液的制备 按该中药复方的处方比例称取药材适量,加8倍量水,浸泡30 min,煎煮20 min,滤过,滤液加水定容至400 ml,得供试品贮备液。精密吸取供试品贮备液10 ml,置25 ml棕色量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,即得。

2.1.4 阴性样品溶液的制备 按该中药复方的处方工艺制备缺陈皮的样品适量,再按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,作为阴性样品溶液。

2.1.5 系统适用性试验 量取上述对照品、阴性样品和供试品溶液各10 μ l,按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果,待测峰与其他峰的分离度良好,且阴性对照无干扰。理论板数按橙皮苷峰计不低于2 000;分离度>1.5。色谱见图1。

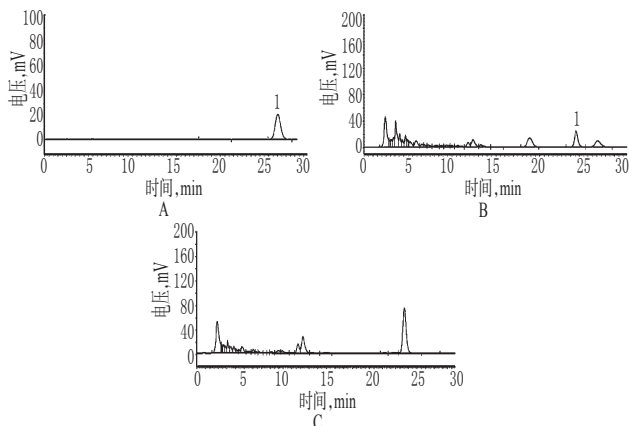


图1 高效液相色谱图

A.对照品;B.供试品;C.阴性对照;1.橙皮苷

Fig 1 HPLC chromatograms

A.substance control;B.test sample;C.negative control;1.Hesperidin

2.1.6 线性关系考察 精密量取对照品溶液各1、3、5、7、9、11、17 μ l,分别按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以橙皮苷峰面积积分值(y)为纵坐标,进样量(x, μ g)为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $y=10^6x+3\ 512.4$ ($r=0.999\ 9$)。结果表明,橙皮苷的进样量在0.169 2~2.876 4 μ g范围内与峰面积积分值呈良好线性关系。

2.1.7 精密度试验 取橙皮苷对照品溶液10 μ l,按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,重复6次,记录峰面积。结果,RSD=0.76%($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.1.8 稳定性试验 取同一供试品溶液,分别于0、2、4、6、8、10 h按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,RSD=2.46%($n=6$),表明供试品溶液在10 h内稳定。

2.1.9 重复性试验 按处方比例称取药材适量,按“2.1.3”项下方法平行制备6份供试品溶液,再按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算样品含量。结果,RSD=2.5%($n=6$),表明该方法的重复性良好。

2.1.10 加样回收率试验 精密量取已知含量的供试品溶液1 ml(质量浓度为0.645 6 mg/ml),置20 ml棕色量瓶中,共6份,分别精密加入橙皮苷对照品(质量浓度为0.169 2 mg/ml)4 ml,加甲醇定容,摇匀,按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算加样回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验结果($n=6$)

Tab 1 Results of recovery tests($n=6$)

编号	样品含量,mg	加入量,mg	测得量,mg	加样回收率,%	\bar{x} ,%	RSD,%
1	0.645 6	0.676 8	1.284 4	94.39		
2	0.645 6	0.676 8	1.287 8	94.89		
3	0.645 6	0.676 8	1.325 4	100.44	96.61	2.96
4	0.645 6	0.676 8	1.277 4	93.35		
5	0.645 6	0.676 8	1.303 8	97.25		
6	0.645 6	0.676 8	1.317 8	99.32		

2.2 陈皮单味饮片压制前后的煎煮质量比较

2.2.1 供试品溶液的制备 分别称取陈皮压制前、后的饮片各3份,每份150 g,分别加水煎煮2次。第1次加水15倍量(补加药材吸水量),浸泡30 min,煎15 min,滤过;第2次加水15倍量,煎煮10 min,滤过,合并2次滤液,浓缩,并定容至4 500 ml,备用。

2.2.2 干膏率的测定 精密吸取“2.2.1”项下供试品溶液25 ml,置已恒质量的蒸发皿中,水浴蒸干,105 $^{\circ}$ C干燥3 h,置干燥器中冷却30 min,迅速精密称定质量,计算干膏率,结果见表2。

表2 陈皮压制前后单味、复方煎煮质量比较($n=3$)

Tab 2 Comparison of decoction quality between *P. Citri Retractate* decoction and TCM compound prescription($n=3$)

样品	单味		复方	
	橙皮苷含量,mg/g	干膏率,%	橙皮苷含量,mg/g	干膏率,%
传统饮片(压制前)	17.78	28.69	19.00	28.23
压制饮片(压制后)	20.54	31.88	21.54	31.25

2.2.3 橙皮苷的含量测定 精密吸取“2.2.1”项下陈皮饮片压制前后的供试品溶液各1 ml,置10 ml棕色量瓶中,加甲醇定容,摇匀,经0.45 μ m微孔滤膜滤过,取续滤液,再按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算样品含量,结果见表2。

由表2可见,陈皮饮片压制后的总干膏率和橙皮苷的含量均高于压制前,但差异无统计学意义($P>0.05$)。

2.3 陈皮压制前后在中药复方中的煎煮质量比较

2.3.1 中药复方供试品溶液的制备 按处方比例称取方中药材各适量,其中陈皮分别选取压制前、后的饮片各6份,分别加水煎煮2次。第1次加水8倍量(补加药材吸水),浸泡30 min,煎15 min,滤过;第2次加水8倍量,煎煮10 min,滤过,合并2次滤液,浓缩,并定容至6 000 ml,作为中药复方供试品溶液。

2.3.2 中药复方干膏率的测定方法 精密吸取“2.3.1”项下复方供试品溶液各25 ml,分别置已恒质量的蒸发皿中,水浴蒸干,105 $^{\circ}$ C干燥3 h,置干燥器中冷却30 min,迅速精密称定质量,结果见表2。

2.3.3 中药复方中橙皮苷的含量测定 分别精密吸取“2.3.1”项下各复方供试品溶液1 ml,置10 ml棕色量瓶中,加甲醇定容,经0.45 μ m微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液,按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图,计算橙皮苷的含量,结果见表2。

由表2可见,陈皮饮片压制后的总干膏率和橙皮苷的含量均高于压制前,但差异无统计学意义($P>0.05$)。

2.4 不同时间点橙皮苷溶出情况比较

2.4.1 溶出情况测定 分别称取压制前、后的陈皮饮片各150 g,加20倍量水(补加药材吸水量),浸泡30 min,分别于煎煮5、10、15、20、30、40、50、60 min时取样100 ml,取样后立即加相应体积的水补充到煎煮容器内。所取药液滤过,作为样品溶液备用。精密吸取上述溶液各1 ml,置10 ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,经0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。精密吸取上述供试品溶液各5 μl,按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算橙皮苷的含量,结果见表3。

表3 橙皮苷的溶出情况(mg/g)

Tab 3 Results of the dissolution of hesperidin (mg/g)

饮片	5 min	10 min	15 min	20 min	30 min	40 min	50 min	60 min
传统饮片(压制前)	11.21	11.74	13.00	14.01	15.12	16.39	19.12	20.96
压制饮片(压制后)	14.42	14.15	15.00	15.79	16.76	16.68	21.53	22.30

由表3可见,在相同煎煮时间内,压制后的陈皮饮片其橙皮苷含量均高于压制前,但差异无统计学意义($P>0.05$)。

2.4.2 溶出曲线比较 采用相似因子 f_2 法比较溶出曲线的相似性。

$$f_2 = 50 \times \lg \{ [1 + 1/n \sum_{i=1}^n (R_i - T_i)^2]^{-0.5} \times 100 \}$$

式中, f_2 为相似因子; n 为取样时间点数目; R_i 为 t 时间内橙皮苷在传统饮片中的累积溶出率; T_i 为 t 时间内橙皮苷在压制饮片中的累积溶出率。 f_2 取值范围为0~100,其值越大,两条曲线的相似性越高,如果两条溶出曲线的 $f_2 \geq 50$,则认为两条溶出曲线相似。经比较,本研究的 f_2 约为82,表明压制饮片与传统饮片溶出行为相似。

3 讨论

本研究中的中药复方由陈皮、苍术、厚朴、甘草、豆蔻等组成,是临床用于治疗湿滞脾胃的常用方,其君药为陈皮。橙皮苷为陈皮药材的主要有效成分,其含量的高低对陈皮的临床疗效影响较大,故本研究选择以橙皮苷的含量作为其评价指标之一。干膏率能侧面反映出陈皮饮片固体成分的煎出率,因此本研究以此为指标进行陈皮压制饮片的煎煮质量评价。

中药配方历来采用传统饮片,外观粗糙,易吸潮,且调配效率低。随着定量小包装中药饮片的出现,上述问题得到了较好地解决。但是,在小包装饮片的推广和使用过程中相继出现了一些问题^[4],例如:部分小包装饮片,如花类、全草类、叶类及部分质轻或不规则的饮片,因密度小、流动性差、体积大,增大了小包装饮片生产、包装、贮藏、运输、调剂等环节的困难和成本^[5-7]。由本研究结果可见,采用物理压制方法将花类、全草类、叶类及部分质轻或不规则饮片压制成定量压制饮片,并用一定的包装材料封装,可大幅缩小中药饮片的体积,且煎煮质量无改变或略有提高。定量压制中药饮片具有便于携带、运输、仓储、调剂、机械化包装、煎煮等优点,可以克服小包装饮片的不足,符合中药现代化的要求^[8-9]。

参考文献

- [1] 陈佳,盛蓉,宋英,等.菊花压制饮片的煎煮质量评价[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(21):115.
- [2] 宋英,盛蓉,陈佳,等.金银花压制饮片和传统饮片的比较[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(16):24.
- [3] 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,2010:176.
- [4] 张学良,王霞英.中药饮片及其监管存在的问题与对策[J].中国药房,2007,18(12):957.
- [5] 卜训生.小包装中药饮片调剂的优势及存在问题[J].北京中医药,2008,27(7):554.
- [6] 谢海洲.传统中药的精制与改革之我见[J].中医药学刊,2003,21(2):177.
- [7] 卢继萍.小包装中药饮片的特点及存在的问题分析[J].中国药业,2013,22(10):100.
- [8] 宋英,盛蓉,谈静,等.中药饮片的定量压制研制[J].中国医院药学杂志,2013,18(16):24.
- [9] 盛蓉,宋英,管娜,等.菊花小包装饮片的压制工艺研究[J].中成药,2013,35(4):852.

(收稿日期:2013-12-01 修回日期:2014-03-03)

我国援建利比里亚埃博拉诊疗中心正式交付使用

本刊讯 2014年11月25日,我国政府援建的利比里亚埃博拉出血热诊疗中心在利比里亚首都蒙罗维亚正式交付使用。在绝大部分物资、设备等需从国内携带的情况下,仅用1个月时间建成100张床位的现代化传染病医院,充分体现了中国速度、中国标准。

利比里亚总统约翰逊·瑟利夫在出席当天的启用仪式上表示,衷心感谢中国的无私援助,这一诊疗中心是利中友好的见证,她期待利中两国能在更多领域进行合作。约翰逊·瑟利夫当天还参观了诊疗中心,对诊疗中心的科学流程、高标准配置表示赞赏,称赞这的确是一个非常现代化的医院,是一个成功的案例。

在启用仪式上,国家卫生计生委副主任崔丽、解放军总后勤部卫生部部长任国荃介绍了诊疗中心的建设、运营管理及对非援助情况。他们表示,这是中非半个多世纪以来风雨同舟、患难与共的传统友好情誼的真实写照。

诊疗中心位于我国援建的SKD体育场旁,占地面积2万

多平方米,建筑面积5 800平方米,包括主病房区和门诊、培训中心、库房、医护人员休息区等辅助建筑,共19栋板房,配备100张床位。该中心按照传染病防治医院的高标准建设,在世界卫生组织规定标准的基础上,增加了电子监控、对讲、电子病历等信息系统,病区设置上在清洁区与污染区之间增加了缓冲区,防护更加严密,是利目前所有治疗中心中条件最好的一个。

该诊疗中心建成后,由中方独立运营和管理。中国人民解放军派出医疗卫生专业队伍担任诊疗重任,将由3批近500名医护人员运营6个月,对埃博拉疑似患者开展留观,对确诊患者进行治疗。此外,诊疗中心还将为利比里亚培训医护人员和卫生防疫人员。

据悉,截至目前,我国已连续4轮向西非疫区国家和相关国际、地区组织提供了总计7.5亿元人民币的紧急抗击埃博拉援助,并派遣有500多名医护人员和公共卫生专家在西非疫区国家工作。