

可实现高通量筛选以及可用于现场检测, 可望成为测定中药及其制剂中石杉碱甲含量的强有力工具, 为进行质量控制和药理标准化研究提供理论依据。

REFERENCES

- [1] MA X, TAN C, ZHU D, et al. Is there a better source of huperzine A than *Huperzia serrate*? Huperzine A content of *Huperziaceae* species in China [J]. *J Agric Food Chem*, 2005, 53(5): 1393-1398.
- [2] ZHOU Y Q, DENG X P, GU Z L. The effects of huperzine A on oxygen-derived free radicals [J]. *Chin Wild Plant Resour*(中国野生植物资源), 2004, 23(2): 44-45.
- [3] XU M, SONG X B, ZHANG L J. Advances in research on huperzine A [J]. *Drug Eval Res*(药物评价研究), 2010, 33(6): 442-446.
- [4] TENG H Y, YU Y Y, LU L, et al. Synthesis of huperzine A artificial antigens by glutaraldehyde and its identification [J]. *J Fujian Univ Tradit Chin Med*(福建中医药大学学报), 2012, 22(6): 41-44.
- [5] ZHOU X W, HU X F. Instrumental Analysis and Experimental Technology of Biochemistry(生物化学仪器分析与实验技术) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2003: 273.
- [6] ANDREW S M, TITUS J A. Purification of immunoglobulin G [J/OL]. *Curr Protoc Immunol*, 2001, Chapter 2: Unit 2.7. Doi: 10.1002/0471142735.im0207s21.
- [7] HAYAT A, BARTHELMEBS L, MARTH J L. Enzyme-linked immunosensor based on super paramagnetic nanobeads for easy and rapid detection of okadaic acid [J]. *Anal Chim Acta*, 2011, 690(2): 248-252.

收稿日期: 2013-05-24

不同药性中药与石膏配伍后有效成分的煎出量变化

王丽秋, 张振秋* (辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600)

摘要: 目的 通过测定升麻、桂枝、甘草、黄芩分别与石膏配伍后有效成分煎出量变化, 对中药药性理论进行研究。方法 采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm) 色谱柱, 以乙腈-1%磷酸水(13:87)为流动相, 在 316 nm 波长测定咖啡酸, 阿魏酸, 异阿魏酸; 以乙腈-1%磷酸水(32:68)为流动相, 检测波长为 290 nm 测定肉桂酸、肉桂醛; 以甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)为流动相, 在 277 nm 波长测定黄芩苷; 采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm) 色谱柱, 1%磷酸水-乙腈梯度洗脱, 在波长 237 nm 测定甘草酸, 甘草苷。结果 寒性药黄芩、凉性药升麻与石膏配伍后有效成分煎出量增加; 热性药桂枝、温性药甘草与石膏配伍后有效成分煎出量降低。结论 寒性药石膏能增加寒凉药黄芩、升麻的有效成分煎出, 而降低温热药桂枝、甘草有效成分的煎出。

关键词: 药性; 石膏; 黄芩; 升麻; 桂枝; 甘草; 煎出量变化

中图分类号: R283.1 文献标志码: A 文章编号: 1007-7693(2014)01-0048-06

Changes of Quantity of Effective Constituent in Different Medicinal Properties Medicines after Compatibility with Gypsum Fibrosum

WANG Liqiu, ZHANG Zhenqiu* (College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the changes of quantity of effective constituent after compatibility of Cimicifugae Rhizoma, Cinnamomi Ramulus, Glycyrrhiza Radix et Rhizome, Scutellariae Radix respectively with Gypsum Fibrosum by HPLC to research the theory of traditional Chinese medicine. **METHODS** Agilent Eclipse XDB-C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm) was adopted; the mobile phase was acetonitrile-water of 0.1% phosphoric acid(13:87); the detection wavelength was 316 nm for caffeic acid, ferulic acid and isoferulic acid. The mobile phase was acetonitrile-water of 0.1% phosphoric acid(32:68); the detection wavelength was 290 nm for cinnamic aldehyde and cinnamic acid. the mobile phase was methanol-H₂O-phosphoric acid(47:53:0.2), the detection wavelength was 277 nm for baicalin. Agilent Eclipse XDB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm) was adopted; the mobile phase was 0.1% phosphoric acid solution(A)-acetonitrile(B) with gradient elution, the detection wavelength was 237 nm for liquiritin and glycyrrhizic acid. **RESULTS** The quantity of chemical components in compatibility of

作者简介: 王丽秋, 女, 硕士生 Tel: (0411)87586110 E-mail: 770470619@qq.com *通信作者: 张振秋, 男, 博导, 教授 Tel: (0411)87586058 E-mail: zhangzhenqiu@sina.com

Cimicifugae Rhizoma, Scutellariae Radix with Gypsum Fibrosum increased. The quantity of chemical componts in compatibility of Cinnamomi Ramulus and Glycyrrhiza Radix et Rhizome with Gypsum Fibrosum reduced. **CONCLUSION** Gypsum fibrosum can increase the chemical components quantity of the cold drugs but reduce the chemical components quantity of the warm drugs.

KEY WORDS: medicine property; Gypsum Fibrosum; Scutellariae Radix; Cimicifugae Rhizoma; Cinnamomi Ramulus; Glycyrrhiza Radix et Rhizome; the changes of quantity of chemical components

四气就是寒热温凉 4 种不同的药性, 又称四性, 它反映了药物对人体阴阳盛衰、寒热变化的作用倾向, 为药性理论重要组成部分, 是说明药物作用的主要理论依据之一。药性的寒热温凉是由药物作用于人体所产生的不同反应和所获得的不同疗效而总结出来的, 它与治疗疾病的性质是相对而言的^[1]。而药物对人体产生的作用来源于药物本身有效成分, 有效成分就是四气表现的物质基础。寒凉药与寒性药配伍使用, 增强药效; 温热药与寒性药配伍, 相互制约。本实验在已有文献的基础上利用高效液相色谱法, 以药物有效成分含量为指标, 测定了寒性药石膏与寒性药黄芩, 凉性药升麻, 热性药桂枝, 温性药甘草配伍后各药有效成分煎出量的变化, 为药性理论进行物质基础上的验证^[2-4]。

1 仪器与试药

Agilent-1100 型高效液相色谱仪(美国 Agilent), 配置四元梯度泵、在线脱气机、VWD 检测器; AS3120A 超声提取器(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); 2140 型电子分析天平(上海奥豪斯公司); AB135-S 十万分之一电子天平(瑞士 METTLER); U-3010 型紫外-可见分光光度计(日立公司)。

对照品咖啡酸(批号: 110885-200102)、阿魏酸(批号: 0773-9910)、异阿魏酸(批号: 111698-200602)、肉桂酸(批号: 120796-201217)、肉桂醛(批号: 120758-201213)、甘草酸(批号: 0756-200009)、甘草苷(批号: 111610-200604)、黄芩苷(批号:

110715-200413), 均来自上海永恒生物科技有限公司, 纯度为 98%。甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。升麻、桂枝、甘草、黄芩饮片经辽宁中医药大学李峰教授鉴定为毛茛科植物升麻(*Cimicifuga foetida* L.)的干燥根、茎樟科植物肉桂(*Cinnamomum cassia* Presl)的干燥嫩枝、豆科植物甘草(*Glycyrrhiza inflata*)的干燥根、黄芩(*Scutellaria baicalensis* Georgi)的干燥根。

药对提取物自制[取饮片, 按比例(桂枝: 石膏=1:3, 升麻: 石膏=1:3, 甘草: 石膏=1:5, 黄芩: 石膏=1:5)称定, 置圆底烧瓶中, 加水回流提取, 滤过, 合并滤液, 蒸干, 于 70 °C 减压干燥, 粉碎成细粉, 即得]。同法制备各单味药提取物。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

甘草酸和甘草苷的含量测定采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱, 其他成分含量测定采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm)色谱柱, 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 进样量: 20 μL, 其他色谱条件见表 1。升麻石膏药对供试品、混合对照品、单升麻供试品 HPLC 图见图 1, 桂枝石膏药对供试品、混合对照品、单桂枝供试品 HPLC 图见图 2, 甘草石膏药对供试品、混合对照品、单甘草供试品 HPLC 图见图 3, 黄芩石膏药对供试品、混合对照品、单甘草供试品色谱图见图 4。

表 1 色谱条件

Tab 1 Chromatographic conditions

供试品	测定成分	流动相	检测波长	柱温	理论板数
升麻石膏 升麻	咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸	乙腈-1%磷酸水(13:87)	316	30	3 000
桂枝石膏 桂枝	肉桂酸、肉桂醛	乙腈-1%磷酸水(32:68)	290	25	3 000
甘草石膏 甘草	甘草酸、甘草苷	乙腈为流动相 A, 以 0.1%磷酸溶液为流动相 B 梯度洗脱 0~8 min, 19% A; 8~35 min, 19% A→50% A; 35~36 min, 50% A→100% A; 36~40 min, 100% A→19% A	237	25	5 000
黄芩石膏 黄芩	黄芩苷	甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)	277	25	2 500

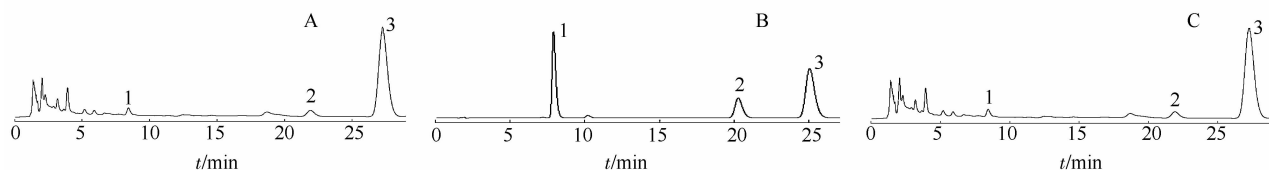


图1 升麻及其药对的 HPLC 图谱

A-升麻石膏药对供试品; B-混合对照品; C-单升麻供试品; 1-咖啡酸; 2-阿魏酸; 3-异阿魏酸

Fig 1 HPLC chromatograms of Cimicifugae Rhizoma and its commixture

A-sample of Cimicifugae Rhizoma and Gypsum Fibrosum; B-reference substances; C-Cimicifugae Rhizoma; 1-caffeic acid; 2-ferulic acid; 3-isoferulic acid

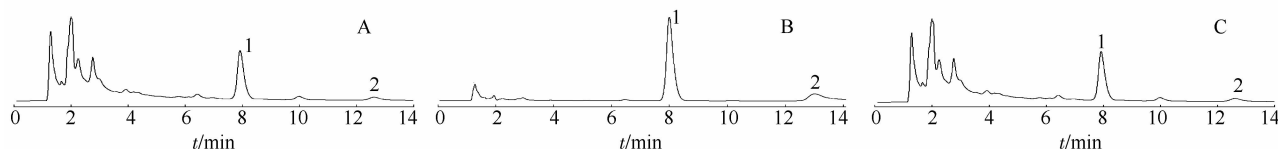


图2 桂枝及其药对的 HPLC 图谱

A-单桂枝石膏药对供试品; B-混合对照品; C-单桂枝供试品; 1-肉桂酸; 2-肉桂醛

Fig 2 HPLC chromatograms of Cinnamomi Ramulus and its commixture

A-sample of Cinnamomi Ramulus and Gypsum Fibrosum; B-reference substances; C-Cinnamomi Ramulus; 1-cinnamic acid; 2-cinnamic aldehyde

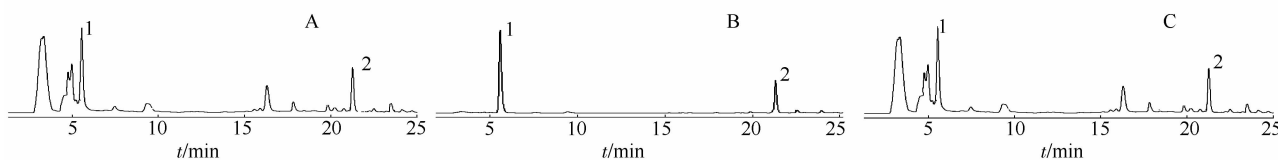


图3 甘草及其药对的 HPLC 图谱

A-单甘草石膏药对供试品; B-混合对照品; C-单甘草供试品; 1-甘草苷; 2-甘草酸

Fig 3 HPLC chromatograms of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma and its commixture

A-sample of Glycyrrhiza Radix et Rhizoma and Gypsum Fibrosum; B-reference substances; C-Glycyrrhiza Radix et Rhizoma; 1-liquiritin; 2-glycyrrhizic acid

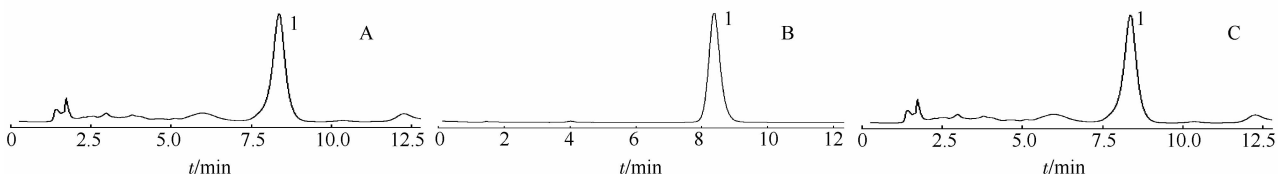


图4 黄芩及其药对的 HPLC 图谱

A-黄芩苷石膏药对供试品; B-混合对照品; C-黄芩苷供试品; 1-黄芩苷

Fig 4 HPLC chromatograms of Scutellariae Radix and its commixture

A-sample of Scutellariae Radix and Gypsum Fibrosum; B-reference substances; C-Scutellariae Radix; 1-baicalin

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品储备液的制备 精密称取 8 个对照品咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸、肉桂酸、肉桂醛、甘草苷、甘草酸、黄芩苷适量, 分别加甲醇配制成含咖啡酸 $0.1756 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、阿魏酸 $0.0618 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、异阿魏酸 $0.2028 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、肉桂酸 $1.113 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、肉桂醛 $1.058 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、甘草苷 $0.4336 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、甘草酸 $0.3820 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、黄芩苷 $0.982 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品储备溶液。

2.2.2 混合对照品溶液的制备 精密吸取“2.2.1”

项下的对照品储备液适量, 用甲醇稀释, 制成每 1 mL 含咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸分别为 7.024, 3.635, 67.60 μg 的升麻石膏药对混合对照品溶液; 分别含肉桂酸、肉桂醛 17.63, 37.10 μg 的桂枝石膏药对对照品混合溶液; 含甘草苷、甘草酸分别为 144.5, 254.7 μg 的甘草石膏药对对照品混合溶液; 含黄芩苷 392.8 μg 的黄芩石膏药对对照品溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 分别取升麻石膏药对、升麻, 甘草石膏药对、甘草提取物各 0.5 g,

精密称定,置 50 mL 锥形瓶中,加 10%乙醇 25 mL;桂枝、石膏药对提取物 0.5 g,单桂枝提取物 0.1 g,精密称定,分别置 50 mL 锥形瓶中,加甲醇 25 mL;黄芩、石膏药对提取物 0.1 g,单黄芩提取物 0.2 g,精密称定,分别置 50 mL 锥形瓶中,加 70%乙醇 25 mL。超声处理(功率 300 W,频率 25 kHz) 30 min,放冷,滤过,滤液至 25 mL 量瓶中,加对应溶剂至刻度,摇匀。0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得升麻石膏药对、升麻、甘草石膏药对、甘草、桂枝石膏、桂枝、黄芩石膏、黄芩 8 种供试品溶液。

2.3 线性范围的考察

分别精密吸取混合对照品溶液 4, 8, 12, 16, 20 μL , 分别在上述各色谱条件下分别进样进行测定。以进样量(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程,结果见表 2。

表 2 8 个成分的标准曲线方程、相关系数和线性范围
Tab 2 Regression equations, correlation coefficients, and linear ranges of eight compounds

成分	回归方程	相关系数	线性范围/ μg
咖啡酸	$Y=16.39X+0.91$	0.999 8	0.028 1~0.140 5
异阿魏酸	$Y=253.10X+54.67$	0.999 7	0.270 4~1.352 0
阿魏酸	$Y=12.11X-7.92$	0.999 5	0.014 5~0.072 7
肉桂酸	$Y=42.09X-21.43$	0.999 3	0.148 4~0.742 0
肉桂醛	$Y=9.62X-3.52$	0.999 9	0.070 5~0.352 6
甘草酸	$Y=170.00X-222.70$	0.999 4	1.019 0~5.094 0
甘草苷	$Y=387.80X+41.60$	0.999 1	0.578 0~2.890 0
黄芩苷	$Y=567.90X+1918.00$	0.999 6	1.571 0~7.856 0

2.4 仪器精密度考察

精密吸取各供试品溶液(批号: 20130101) 20 μL , 按“2.1”项下色谱条件连续进样 5 次,测得咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸、肉桂酸、肉桂醛、甘草苷、甘草酸、黄芩苷的峰面积的 RSD($n=5$)分别为 1.9%, 2.5%, 1.3%, 1.5%, 1.7%, 2.4%, 1.8%, 2.3%。结果表明,仪器精密度较好。

2.5 稳定性考察

精密吸取各供试品溶液(批号: 20130101),在室温下放置,分别于 0, 2, 4, 8, 12 h 进样 20 μL 分析,测定峰面积。测得咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸、肉桂酸、肉桂醛、甘草苷、甘草酸、黄芩苷的峰面积的 RSD 分别为 1.7%, 2.1%, 1.0%, 2.0%, 1.9%, 2.2%, 2.5%, 1.7%。结果表明供试

品溶液中上述 8 个成分在 12 h 内稳定性良好。

2.6 重复性考察

精密称取同一批次的药对提取物(批号: 20130101)5 份,按“2.2.3”项下方法平行制备成供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件分别进样 20 μL 进行测定。结果咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸、肉桂酸、肉桂醛、甘草苷、甘草酸、黄芩苷含量平均值($n=5$)分别为 0.336 3, 0.179 5, 3.293, 0.856 9, 0.429 5, 7.841, 14.49, 95.47 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$; RSD 分别为 1.6%, 1.2%, 1.5%, 1.3%, 1.1%, 1.9%, 1.1%, 1.5%。

2.7 加样回收率考察

2.7.1 升麻石膏药对的加样回收率考察 取已知含量(咖啡酸 0.336 3 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、阿魏酸 0.179 5 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、异阿魏酸 3.293 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)的升麻石膏药对提取物(批号: 20130101)5 份,每份约 0.1 g,精密称定,分别置锥形瓶中,精密加入咖啡酸对照品 0.20 mL、阿魏酸 0.30 mL、异阿魏酸对照品 1.60 mL,按“2.2.3”项下方法操作,制备供试溶液,按“2.1”项下色谱条件分别进样测定,计算回收率。结果咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸平均回收率($n=5$)分别为 99.3%, 99.3%, 99.8%; RSD 分别为 1.0%, 1.5%, 0.6%。结果见表 3。

2.7.2 桂枝石膏药对加样回收率考察 取已知含量(肉桂酸 0.8569 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、肉桂醛 0.4295 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)的桂枝石膏药对提取物(批号: 20130101)5 份,每份约 0.5 g,精密称定,分别置锥形瓶中精密加入肉桂酸储备液 0.40 mL、肉桂醛储备液 0.20 mL。按“2.2.3”项下的方法操作,制备供试溶液,按“2.1”项下色谱条件分别进样进行测定,计算回收率。结果肉桂酸、肉桂醛平均回收率分别为 99.9%, 98.6%; RSD 分别为 0.6%, 2.3%。结果见表 4。

2.7.3 甘草石膏药对加样回收率考察 取已知含量(甘草苷 7.841 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 、甘草酸 14.49 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)的甘草石膏药对提取物(批号: 20130101)5 份,每份约 0.5 g,精密称定,分别置锥形瓶中,精密加入甘草苷对照品 9.00 mL、甘草酸对照品 19.00 mL,按“2.2.3”项下方法操作,制备供试溶液,按“2.1”项下色谱条件分别进样测定,计算回收率。结果甘草苷、甘草酸平均回收率($n=5$)分别为 99.4%, 99.7%, RSD 分别为 1.7%, 1.4%。结果见表 5。

表 3 回收率实验结果(n=5)

Tab 3 The results of recovery test(n=5)

成分	称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	实测总量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
咖啡酸	0.100 5	0.033 80	0.035 12	0.068 87	99.9	99.3	1.0
	0.100 1	0.033 66	0.035 12	0.068 14	99.1		
	0.099 7	0.033 52	0.035 12	0.068 52	99.8		
	0.101 1	0.034 00	0.035 12	0.068 26	98.8		
	0.100 8	0.033 90	0.035 12	0.068 38	99.1		
阿魏酸	0.100 5	0.018 04	0.018 54	0.036 60	100.1	99.3	1.5
	0.100 1	0.017 97	0.018 54	0.036 39	99.6		
	0.099 7	0.017 90	0.018 54	0.036 77	99.1		
	0.101 1	0.018 15	0.017 87	0.036 02	98.2		
	0.100 8	0.018 09	0.018 54	0.036 49	99.6		
异阿魏酸	0.100 5	0.330 90	0.324 50	0.656 00	100.1	99.8	0.6
	0.100 1	0.329 60	0.324 50	0.652 00	99.7		
	0.099 7	0.328 30	0.324 50	0.653 30	100.1		
	0.101 1	0.329 60	0.324 50	0.651 50	99.6		
	0.100 8	0.331 90	0.324 50	0.653 20	99.5		

表 4 回收率实验结果(n=5)

Tab 4 The results of recovery test(n=5)

成分	称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	实测总量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
肉桂酸	0.512 4	0.439 1	0.445 2	0.886	100.1	99.9	0.6
	0.506 9	0.434 4	0.445 2	0.882	100.3		
	0.500 8	0.429 1	0.445 2	0.872	99.7		
	0.498 8	0.427 4	0.445 2	0.871	99.8		
	0.489 7	0.419 6	0.445 2	0.860	99.5		
肉桂醛	0.512 4	0.220 1	0.211 6	0.421 5	97.6	98.6	2.3
	0.506 9	0.217 7	0.211 6	0.418 7	97.5		
	0.500 8	0.215 1	0.211 6	0.421 3	98.7		
	0.498 8	0.214 2	0.211 6	0.422 0	99.1		
	0.489 7	0.210 3	0.211 6	0.429 9	100.2		

表 5 回收率实验结果(n=5)

Tab 5 The results of recovery test(n=5)

成分	称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	实测总量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
甘草苷	0.510 5	4.003	3.903	7.895	99.9	99.4	1.7
	0.500 1	3.921	3.903	7.802	99.8		
	0.499 4	3.916	3.903	7.744	100.1		
	0.501 3	3.931	3.903	7.753	99.0		
	0.513 6	4.027	3.903	7.780	98.1		
甘草酸	0.510 5	7.397	7.260	14.71	100.3	99.7	1.4
	0.500 1	7.391	7.260	14.45	98.6		
	0.499 4	7.236	7.260	14.52	100.2		
	0.501 3	7.264	7.260	14.48	99.7		
	0.513 6	7.442	7.260	14.68	99.9		

2.7.4 黄芩石膏药对加样回收率考察 取已知含量(黄芩苷 95.47 mg·g⁻¹)的黄芩石膏药对提取物(批号: 20130101)5 份, 每份约 0.1 g, 精密称定, 分别置锥形瓶中, 精密加入黄芩苷储备液 10 mL, 按“2.2.3”项下方法操作, 制备供试溶液, 按“2.1”项下色谱条件分别进样测定, 计算回收率。结果黄芩苷平均回收率(n=5)为 98.4%, RSD 为 1.7%。结果见表 6。

表 6 回收率实验结果(n=5)

Tab 6 The results of recovery test(n=5)

成分	称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	实测总量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
黄芩苷	0.100 4	9.58	9.82	19.22	99.0	98.4	1.7
	0.100 2	9.57	9.82	19.03	98.2		
	0.099 6	9.51	9.82	19.11	98.9		
	0.101 4	9.68	9.82	19.31	99.0		
	0.100 5	9.60	9.82	18.86	97.1		

2.8 样品测定

取 3 批药对(自制, 批号: 20130101, 20130102, 20130103)、药材提取物(自制, 批号: 20130101, 20130102, 20130103)分别按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样分析, 精密吸取供试品溶液 20 μL, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图, 测定不同批次药对、药材提取物中咖啡酸、阿魏酸、异阿魏酸、肉桂酸、肉桂醛、甘草苷、甘草酸、黄芩苷的含量。测定结果见表 7。

表 7 指标成分含量测定结果($n=3$)

Tab 7 Results of content test of indicative components ($n=3$)

批号	药对/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$			药材/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$		
	20130101	20130102	20130103	20130101	20130102	20130103
咖啡酸	0.336 3	0.335 8	0.332 0	0.100 9	0.101 3	0.100 5
阿魏酸	0.179 5	0.179 2	0.180 1	0.059 83	0.059 76	0.059 0
异阿魏酸	3.293 0	3.299 0	3.297 0	1.647 0	1.649 0	1.645 0
肉桂酸	0.857 0	0.856 0	0.857 0	14.560 0	14.400 0	14.720 0
肉桂醛	0.429 5	0.429 0	0.428 8	6.013 0	6.025 0	6.001 0
甘草苷	7.841 0	7.844 0	7.838 0	78.950 0	78.780 0	78.610 0
甘草酸	14.490 0	14.520 0	14.400 0	146.700 0	146.200 0	147.200 0
黄芩苷	95.500 0	95.300 0	95.400 0	47.800 0	47.680 0	47.740 0

3 讨论

本实验各组分别取相同质量的药材饮片, 进行单独提取或与石膏配伍后提取, 配伍前后出膏量不同, 结果见表 8。由表 7 测定结果可计算出各药有效成分的平均含量, 将各有效成分的平均含量乘以各药对或药材的出膏量, 就可以得到各药对、药材中有效成分的煎出量。在药材质量相同

的情况下, 就可以平行比较药对和药材有效成分煎出量的差别。结果见表 9。

表 8 出膏量

Tab 8 The amount of ointment

药材	升麻/g	桂枝/g	甘草/g	黄芩/g
药对	6.227	3.933	6.318	4.000
药材	3.403	0.6732	1.213	2.140

表 9 有效成分总煎出量测定结果

Tab 9 Results of total content test of indicative components

药材	咖啡酸/mg	阿魏酸/mg	异阿魏酸/mg	肉桂酸/mg	肉桂醛/mg	甘草苷/mg	甘草酸/mg	黄芩苷/mg
药对	2.084	11.18	20.53	3.369	1.688	49.54	91.4	381.7
单煎	0.3433	0.2036	5.605	9.80	4.048	95.6	177.9	102.2

由于实验所做考察, 是以中药传统四气理论为基础, 所以选用传统提取方法-水提。药对比例以传统方剂所载比例为准。以各药有效成分为指标进行了 $L_9(3^4)$ 正交试验法, 以溶剂用量、提取次数、提取时间 3 个因素, 进行三水平考察。采用综合评分法进行数据分析。最终确定各药对的最佳提取工艺。并按最佳提取工艺进行含量测定各批次药物的提取。

本实验以不同药性中药与石膏配伍, 测定配伍前后有效成分煎出量的变化, 来考察各药药性的变化。中药的化学成分比较复杂, 难以实现较好的分离和分析, 而本实验用了硫酸盐类矿物硬石膏族石膏, 它主要成分为含水硫酸钙($\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 化学成分单一明确, 且对其他药物有效成分的测定不产生干扰, 确保了本实验重现性好、稳定可靠。实验中得出结论, 大寒药物石膏与凉性药升麻、寒性药黄芩配伍后, 使升麻和黄芩中的有效成分煎出量增加, 药效增强; 而与热性药桂枝温

性药甘草配伍后, 使桂枝和甘草中有效成分煎出量减少, 寒热互制, 药效降低。本实验中作者仅考察了石膏与寒性药黄芩、凉性药升麻、热性药桂枝、温性药甘草的配伍结果, 成分更复杂的中药与不同药性中药配伍后对其有效成分煎出量的影响, 以及石膏与其它寒热温凉药性药物配伍后有效成分煎出量的影响, 有待进一步研究。

REFERENCES

- [1] GAO X M. Chinese materia medica [M]. Beijing: China Press of traditional Chinese Medicine, 2002: 21-22.
- [2] Ch.P(2010)Vol I (中国药典 2010 年版. 一部) [S]. 2010: 22.
- [3] NIAN Q B, LIU H X, DENG S S, et al. Study on the changes of chemical components in compatibility of Radix Bupleuri with Radix Scutellariae [J]. Chin J Hosp Pharm (中国医院药学杂志), 2011, 31(2): 104-107.
- [4] WU K Y, LIANG G Y. A preliminary study of Gypsum's effects on glycyrrhizic acid in Maxingshigan decoction [J]. World Sci Technol Mod Tradit Chin Med Mater Med (世界科学技术-中医药现代化), 2008, 10(2): 89-92.

收稿日期: 2013-03-21