

吴茱萸炮制品的质量比较

★ 宓静英 (江西中医学院附属医院 南昌 330006)

★ 龚千峰 吴丹 (江西中医学院 南昌 330006)

关键词:吴茱萸;炮制品;质量比较

中图分类号:R 282.72 文献标识码:B

吴茱萸 [*Evodia rutaecarpa*. (Juss.) Beoth] 为芸香科植物吴茱萸干燥近成熟的果实,有温中散寒,舒肝止痛之功效。常用于治疗脘腹冷痛,呕吐腹泻,头痛,胃痛,疝痛和痛经等。近代医学证明吴茱萸有镇痛安神抗菌降压和抗缺氧等药理作用。其炮制目前最常用的是以甘草制吴茱萸(药典法),文献记载还有醋制、烘烤、盐制等炮制方法。生物碱是吴茱萸中的主要有效成分,不同的提取方法、溶剂耗用量和提取时间的长短都影响生物碱的含量。本实验对吴茱萸几种炮制品中总生物碱和浸出物进行含量测定,比较不同炮制方法对总生物碱含量的影响,并辅以水溶性浸出物的比较,报道如下。

1 材料及制备

1.1 试验药材

吴茱萸干燥近成熟的果实 2006 年 3 月购于樟树市医药公司,经鉴定为芸香科干燥近成熟的果实。

1.2 炮制品制备

1.2.1 甘草制品(药典法) 本法是将原药拣净,取净吴茱萸 100 g,用甘草 6.0 g,加水煎汁去渣的甘草水趁热加入吴茱萸内闷润,每隔 1 小时翻动一次,6 小时泡至吴茱萸膨胀开裂为度,然后入锅内文火炒干放入托盘内晾晒干燥即得样品 1。

1.2.2 盐制品(江西法) 取净吴茱萸 50 g 用热甘草水(按照药典法中甘草水的炮制方法煎汁)泡至发胀时取出,加盐水拌匀闷透后微火炒至吴茱萸发泡时取出放凉,即得样品 2。其中吴茱萸:甘草:盐之比为 100: 10: 2。本法中泡吴茱萸先将甘草片捣烂煎汁,再趁热倾入盛装吴茱萸的缸内,用木棒搅拌均匀,再加盐闷泡。

1.2.3 烘烤制品(烘烤法) 取样品 1 的一半 50 g 用来制做烘烤制品,向其中加入甘草水,待甘草汁吸尽闷透,大约 6 小时后置于预热 130 ℃ 的烘箱中关门烘烤,当温度再次升至 130 ℃ 时保持 60 分钟,期间开箱翻动一次,取出放入托盘内冷却干燥即得样

品 3。

1.2.4 醋制品(醋制法) 取净吴茱萸 50 g,用 10 g 米醋浸透,不时翻动,待吸尽后闷润 2 小时,然后入锅用文火炒干,炒时注意控制温度防止烧焦变质,见色变微黄即开始控制温度,待全部变黄后即可取出放凉即得样品 4。

2 方法与结果

2.1 总生物碱含量测定

取各样品 10 g,精密称定,加水 70 mL/次,煎煮 4 次,30 分钟/次,分别过滤,合并滤液,将其浓缩至稀糖浆状,加助滤剂石英沙 5 g 拌匀,80 ℃ 烘干,过 20 目筛,粗粉置 50 mL 锥形瓶中加入氨水 6 mL 拌匀,放置过夜。次日,移置索氏提取器中加氯仿提取生物碱,回收氯仿至余液约 10 mL,用氯仿-无水乙醇(4: 1)冲洗至无生物碱反应。冲洗液自然挥发至约 50 mL,移至分液漏斗中,用 0.25 mol/L 的硫酸提尽生物碱,合并硫酸液,加氯化钠至饱和,再加浓氨水使呈碱性(pH 8 ~ 10),用氯仿提尽生物碱,每次提取液均用同一蒸馏水 10 mL 洗涤后加入 250 mL 锥形瓶中,置水浴上蒸干,加无水乙醇 2 mL 使残渣全部溶解,再精密加入 0.01 mol/L 硫酸 20 mL,蒸馏水 15 mL,加甲基红指示剂 2 滴,用 0.02 mol/L NaOH 滴定至终点呈黄色,每一毫升的 0.01 mol/L 硫酸相当于 6.18 mg 吴茱萸碱。

测定结果见表 1:

表 1 各种吴茱萸炮制品生物碱含量测定 /g

样品	测定值			
	1	2	3	X 均值
生品	0.48	0.46	0.50	0.48
样品 1	0.52	0.51	0.50	0.51
样品 2	0.48	0.50	0.52	0.52
样品 3	0.58	0.57	0.59	0.58
样品 4	0.46	0.48	0.50	0.48

2.2 水浸出物含量测定(冷浸法)

取样品 3 g 置于 250 mL 锥形瓶中精密加水 100 mL,密塞称定重量静置 1 小时后连接回流冷凝

脉络宁口服液的薄层色谱鉴别

★ 熊益秀 (江西护理职业技术学院 南昌 330029)

★ 江丰 (江西省南昌市卫生学校 南昌 330006)

关键词:脉络宁口服液;牛膝;玄参;石斛;金银花;薄层色谱

中图分类号:R 282.73 文献标识码:B

脉络宁口服液由牛膝、玄参、石斛、金银花 4 味中药组成,功能为清热养阴、活血祛瘀。本文采用薄层色谱法对其中的牛膝、玄参、石斛、金银花进行鉴别,结果表明,该方法专属性强,重现性好,可为该制剂的质量控制提供参考。

1 仪器与材料

层析缸,薄层板涂布器(300 μm),玻璃板(10 cm $\times$ 20 cm),硅胶 G 及硅胶 GF254(青岛海洋化工厂生产),所用试剂、试药均为分析纯。

脉络宁口服液及其阴性对照溶液(自制),齐墩果酸对照品、绿原酸对照品、石斛对照药材及玄参对照药材(由中国药品生物制品检定所提供)。

装置,加热至沸腾并保持微沸 1 小时,放冷后取下锥形瓶塞,再称定重量,用水补足减失的重量摇匀过滤,精密量取滤液 25 mL,置于已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴中蒸干后,于 103 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 3 小时,置于干燥器中冷却 30 分钟,迅速精密称定重量,计算样品中水溶性浸出物含量。结果见表 2:

表 2 水溶性浸出物含量测定 /g

测定值				
样品	1	2	3	$\bar{X}$ 均值
生品	5.88	5.90	5.92	5.90
样品 1	5.80	5.82	5.84	5.82
样品 2	5.90	5.92	5.94	5.92
样品 3	6.02	6.04	5.98	6.01
样品 4	5.82	5.84	5.86	5.84

3 小结

(1)结果表明:各种吴茱萸炮制品中生物碱含量差异不大,辅以水溶性浸出物含量加以比较表明吴茱萸生品与药典法、烘烤法、江西法、醋制法差异不显著。

(2)各种方法比较,烘烤法较简便易行,所需温度易于控制且样品的损耗率小,炮制后饮片较卫生、完整。在与其它炮制品的比较中,其总生物碱的含

2 方法与结果

2.1 牛膝的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品 50 mL,蒸干,残渣加乙醇 50 mL 加热回流 2 小时,趁热滤过,用适量乙醇洗涤残渣及滤纸,合并滤液及洗液,浓缩至约 20 mL,加水 10 mL、盐酸 3 mL,加热回流 1 小时,放冷,用石油醚(60~90 $^{\circ}\text{C}$)提取 3 次,每次 30 mL,合并石油醚层,蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,即得。

2.1.2 对照品溶液的制备 取齐墩果酸对照品适量,加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,即得。

2.1.3 阴性对照溶液的制备 不加牛膝,其它药材

量最高,江西法炮制的饮片次之,醋制法的含量最低。故认为烘烤法是较好的一种炮制方法。

(3)吴茱萸为温中散寒,止呕止痛传统中药。从其药效成分的含量与作用来看,主要赖于其生物碱,故我们以吴茱萸总生物碱作为其不同炮制工艺对比研究的主要指标,并辅以水溶性浸出物量加以对比。实验结果表明,吴茱萸生品与药典法吴茱萸、江西法盐水炒吴茱萸,以及它们的烤制法制品均含有吴茱萸碱等生物碱,生物碱含量的差异虽不很大,水溶性浸出物含量的差异也不很显著,但总的看来,烤制法制品、江西法制品含量均稍高于药典法制品,似有优于药典法制品的趋势,特别是烤制法制品尚具易于掌握火候,受热均匀,省力方便,干净卫生等优点,值得深入研究与推广。

(4)吴茱萸尚含挥发油,如吴茱萸烯、罗勒烯等有效成分,与其散寒、行气、燥湿等功效密切相关。各炮制工艺制品含挥发油等成分,以及药理效应的相关性,特别是烤制法的对比,均值得深入研究。

(收稿日期:2007-07-09)