

甘肃地产药材空心柴胡的质量评价

赵磊¹, 吴福祥², 张耀邦², 潘遐² (1. 甘肃中医学院, 兰州 730000; 2. 甘肃省定西市药品检验所, 甘肃 定西 743000)

摘要: 目的 考察和评价不同产地空心柴胡的质量。方法 测定 3 个不同产地野生空心柴胡根中总浸出物、总皂苷、柴胡皂苷 a、挥发油。结果 不同产地空心柴胡中有效成分含量有明显差异。结论 此研究将为柴胡的药用和资源利用提供参考依据。

关键词: 空心柴胡; 质量研究

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2006)06-0456-03

基金项目: 本研究为定西市科技局创新人才培养计划资助项目 (2003-38)

作者简介: 赵磊 (1967-), 女, 副教授, 硕士, 从事中药化学及中药质量标准研究及教学工作。

Study the quality of *Bupleurum longicaule* var. *franchetii* from different areas

ZHAO Lei¹, WU Fu-xiang², ZHANG Yao-bang², PAN Xia² (1. Gansu College of Tmditional Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China; 2. Gansu Dingxi Institute for Drug Control, Dingxi 743000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To investigate and evaluate the quality of *Bupleurum longicaule* Wall. ex DC. var. *franchetii* Boiss. from different areas of Gansu province. **METHODS** The total extract, saikosaponins and volatile oils in *Bupleurum longicaule* Wall. ex DC. var. *franchetii* Boiss were assayed. **RESULTS** The contents active compoments were obvious difference in *Bupleurum longicaule* Wall. ex DC. var. *franchetii* Boiss. from different areas. **CONCLUSION** The study provides referential information for exploitation of this medicinal plant.

KEY WORDS: *Bupleurum longicaule* Wall. ex DC. var. *franchetii* Boiss.; quality study

柴胡为常用中药,中国药典自 1985 年版规定来源仅为柴胡 *Bupleurum chinense* DC.和狭叶柴胡 *Bupleurum scorzoneriifilium* Willd.。但柴胡属植物自古药用较多,各地区仍按历史习惯自产自销或民间入药,形成区域药用柴胡,较常用的有 20 余种(含变种,变型)植物,主要在品种,药用部位,资源多寡及临床用药等均存在差异,空心柴胡 *Bupleurum longicaule* Wall. ex DC. var. *franchetii* Boiss.为我省的习用药材之一^[1],有关空心柴胡仅有一些零星的记载,为此笔者对不同产地空心柴胡的质量进行了研究,以期研究空心柴胡的药用价值,扩大药用资源,提供参考依据。

1 仪器、试剂与材料

SP8810 高效液相色谱仪、SP200 检测器、SP4400 数据处理仪(美国光谱物理公司);对照品柴胡皂苷 a(供含量测定用)由中国药品生物制品鉴定所提供,乙腈、甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。样品均经原兰州医学院药学院赵汝能教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 醇浸出物的测定

称取柴胡根 20g,粉碎,以乙醇为溶剂,按醇溶性浸出物测定法项下热浸法(中国药典 2005 年版附录 XA)测定,计算醇浸出物含量,结果见表 1($n=3$, $RSD=0.81\sim1.87\%$)。

2.2 总皂苷测定

称取柴胡粗粉 20g,按文献^[2]条件,置圆底烧瓶中,加 80%乙醇 80mL,回流提取 4 次,每次 60min,滤过,滤渣用 80%乙醇 20min 分 2 次洗涤,合并洗液定容至 250mL,备用。精密量取上述滤液 50.0 mL,置蒸发皿中,水浴上蒸干,残渣加热水 10mL 溶解,滤过,水不溶的残渣用热水洗 3 次,每次 5mL,合并滤液,置分液漏斗中,先用乙醚 20mL 提取 2 次,弃去乙醚层,水层用水饱和的正丁醇提取 5 次,每次用量分别为 50, 25, 25, 20, 10mL,合并正丁醇液,再用 0.1% NaOH 50 mL 反萃取 2 次,分取上层液,置 105℃干燥至恒重的蒸发皿中,减压回收乙醇至干,残渣于 105℃干燥 8h,取出置干燥器中放置 30min,称定重量,计算总皂苷的含量,结果见表 1($n=3$, $RSD=1.03\sim2.10\%$)。

2.3 挥发油测定

称取柴胡根粗粉 100g,置圆底烧瓶中,采用水蒸汽蒸馏

法^[3],收集初滤液,初滤液再蒸馏,收集重蒸馏液近 500 mL,加丙二醇 2 mL,摇匀,加水定容至 500mL 量瓶中,精密吸取上述蒸馏液 5.0 mL 两份,一份置 10 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另一份置蒸发皿中,水浴上蒸干,残渣用蒸馏水溶解并定容至 10 mL 量瓶中,摇匀,作为空白对照溶液,在 277nm 波长处测定吸收度,以吸收度大小来衡量样品中挥发油的高低,结果见表 1。

表 1 地产药材空心柴胡的测定结果 ($n=3$)

产地	醇浸出物 /g [1]	总皂苷 /g	挥发油(吸收度)	柴胡皂苷 a
	(g/100g 药材)	(g/100g 药材)	(吸收度 A)	含量 /%
	根	根	根	根
漳县	11.0	4.8	0.776	1.08
岷县	18.6	8.2	0.680	0.76
渭源	13.7	6.2	0.675	0.82

2.4 柴胡皂苷 a 的含量测定

2.4.1 色谱条件 ODS-C₁₈ 色谱柱(10μm, 4.6mm × 250mm, 中国科学院大连化学物理研究所);流动相:甲醇:乙腈:水(20:35:45);检测波长:208nm;流速:1.0 mL·min⁻¹;柱温:室温。理论板数(n)按柴胡皂苷 a 计不低于 2000。在此条件下,样品中柴胡皂苷 a 与其他相关峰均能达到基线分离,柴胡皂苷 a 色谱峰的保留时间为 11.50min 左右。

2.4.2 样品溶液的制备 取柴胡药材粗粉约 2g,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇 100mL 回流提取至无色,滤过,滤液置水浴上蒸干,加水 20mL 溶解,用乙醚萃取两次(20, 20mL),弃去乙醚液,再用正丁醇提取三次(40, 40, 20 mL),合并正丁醇液,静置,取上清液置水浴上蒸干,残渣用甲醇 10 mL 溶解,放冷,通过 D101 型大孔吸附树脂柱(内径 1.5cm, 长 12 cm),用甲醇 100mL 洗脱,收集洗脱液,置水浴上蒸干,残渣用甲醇溶解,并转移至 10mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,经微孔滤膜(0.45μm)滤过,即得。

2.4.3 线性关系考察 精密称取经五氧化二磷减压干燥器中干燥 36h 的柴胡皂苷 a 对照品 5.1mg,置 10mL 量瓶中,加甲醇制成每 1mL 含 0.51mg 的对照品溶液,摇匀,即得。分别精密吸取该液 2, 4, 6, 8, 10μL 进样,按色谱条件测定,以对照品峰面积(Y)对进样量 $X(\mu g)$ 进行线性回归,其回归方程

为: $Y=2\ 103\ 314X-719\ 966$, $r=0.999\ 0$ 。表明柴胡皂苷 a 在 $1.02\sim5.10\ \mu\text{g}$ 之间呈良好的线性关系。

2.4.4 精密度试验 精密吸取供试品溶液 $10\ \mu\text{L}$, 重复进样 6 次, 计算柴胡皂苷 a 色谱峰面积的 RSD 为 1.21% 。

2.4.5 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 $10\ \mu\text{L}$, 分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 进行测定, 以柴胡皂苷 a 的色谱峰面积进行考察, 测得 RSD 为 1.60% , 表明样品至少在 12 h 内稳定。

2.4.6 加样回收试验 取已知柴胡皂苷 a 含量的柴胡样品粗粉约 0.5 g , 精密称定 9 份, 分别精密加入柴胡皂苷 a 含量为 $0.51\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液 $3.5, 4.5, 5.0\ \text{mL}$ 各 3 份, 按“2.2”项下方法制备供试液, 进样测定, 记录色谱图, 计算回收率, 结果见表 2。

表 2 柴胡皂苷 a 回收率试验结果

Tab 2 Results of recovery test						
样品号	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.23	1.78	3.96	97.2		
2	2.35	1.78	4.02	93.8		
3	2.46	1.78	4.17	96.1		
4	2.39	2.30	4.61	96.5		
5	2.41	2.30	4.64	97.0	96.8	2.03
6	2.58	2.30	4.80	96.5		
7	2.47	2.55	4.97	98.0		
8	2.21	2.55	4.73	98.8		
9	2.38	2.55	4.86	97.3		

2.4.7 重复性试验 取同一批柴胡药材样品, 按“2.2”项下方法制备供试品溶液 5 份, 分别精密吸取上述溶液 $10\ \mu\text{L}$ 进样测定, 以柴胡皂苷 a 的色谱峰面积进行计算, 测得 RSD 为 1.4% 。

2.4.8 含量测定 精密称取收集的样品 13 批, 按“2.2”项下方法制成供试品溶液, 分别精密吸取对照品溶液 $4, 6\ \mu\text{L}$ 及供试品溶液 $10, 20\ \mu\text{L}$, 按外标两点法, 以干燥品计算柴胡皂苷 a 的百分含量, 结果见表 1。

3 讨论

3.1 空心柴胡为我省习用药材之一, 但对其质量的研究未见报道, 笔者对不同产地的空心柴胡质量进行了研究。选择醇浸出物和总灰分以及有效部位挥发油和总皂苷等^[4]为指标, 综合考察和评价了不同产地空心柴胡的质量, 为空心柴胡的药用和资源利用提供参考依据。

3.2 通过对甘肃地产药材空心柴胡的质量研究, 以及西北地区, 特别是甘肃省多年来的用药习惯, 空心柴胡可作为中药柴胡的资源进行开发利用。

参考文献

[1] DING Y H, SONG P S, ZHU J R, *et al.* Resources of Bupleurum L. plants in Gansu Province and their commercial investigation [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2002, 33(11): 1036.

[2] ZHAO L, LIU B L, WU F X, *et al.* Study on extraction process of Radix Bupleuri [J]. J Chin Med Mater(中药材), 2004, 27(10) 764-766.

[3] ChP(2005) Voll (中国药典 2005年版, 二部) [S]. 2005: 附录 57.

[4] XIAO P G. Modern Chinese Materia Medica (新编中药志) [M]. vol I. Beijing: Chemical Industry Press, 2002: 785.