

质量标准

硫熏对党参中党参炔苷含量的影响[△]李成义^{1*}, 魏学明¹, 王明伟¹, 李硕¹, 周海燕², 赵润怀^{2*}

(1. 甘肃中医学院, 甘肃 兰州 730000 2. 中国药材公司, 北京 102600)

[摘要] 目的: 研究产地加工中硫熏对党参品质的影响。方法: 用高效液相色谱法, 测定党参硫熏前后党参炔苷含量。使用 ZORBAX Edipse XDB-C₁₈柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水 (28:72), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 柱温为 30 ℃, 检测波长为 269 nm。结果: 硫熏后党参中党参炔苷含量均明显下降。结论: 硫熏对党参药材质量有影响, 出于对人体健康的长远考虑, 产地加工应严格控制硫熏。

[关键词] 党参; 硫熏; 党参炔苷; HPLC

党参药材为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.、素花党参 *Codonopsis pilosula* Nannf. var. *modesta* (Nannf.) L. T. Shen 或川党参 *Codonopsis tangshen* Oliv. 的干燥根, 具有健脾益肺, 养血生津的功能。用于脾肺气虚, 食少倦怠, 咳嗽虚喘, 气血不足, 面色萎黄, 心悸气短, 津伤口渴, 内热消渴^[1]。根据相关文献记载, 党参中主要有三萜、甾类、聚乙炔醇、酚酸、木脂素、倍半萜、黄酮等多种化学成分^[2-4], 其中党参炔苷为聚乙炔类化合物, 具有抗癌、抗菌、抗炎、镇静、降压、保护胃粘膜等作用^[5], 是党参药材中的活性成分, 可作为党参的质量控制指标之一。

近年来, 笔者调查发现, 在党参的产地加工中, 许多药农为了防止党参的虫蛀和追求党参外观色泽, 在利益的驱使下, 产地加工时采用人工硫熏的方法进行干燥。目前, 党参的研究主要集中在化学成分、含量测定、药理学研究等方面, 但对党参药材硫熏前后党参炔苷含量变化的研究未见相关报道, 故本实验采用高效液相色谱法对同一产地、相同批次的党参硫熏前后党参炔苷含量变化进行相关研究, 为党参合理的产地加工提供参考, 为确保药材质量和临床用药提供可靠依据。

1 仪器与试剂

Agilent1200高效液相色谱仪 (美国安捷伦), G131513二极管阵列检测器 (美国), BS 224 S型电子天平 (北京赛多利斯仪器系统有限公司), KQ-250

高频数控超声波清洗仪 (昆山市超声仪器有限公司)。

党参由中国药材公司提供, 采自甘肃临洮县 (栽培)、甘肃首阳镇 (栽培)、重庆市城口县 (野生), 经甘肃中医学院药学系李成义教授鉴定, 甘肃临洮和首阳镇栽培党参为党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf. 的干燥根, 重庆市城口县野生党参为川党参 *Codonopsis tangshen* Oliv. 的干燥根。

党参炔苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 111732-200904); 乙腈为色谱纯, 甲醇为分析纯, 水为双蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[5]

色谱柱为 ZORBAX Edipse XDB-C₁₈柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-水 (28:72), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 进样量为 10 μL, 柱温为 30 ℃, 检测波长为 269 nm。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取党参炔苷对照品适量, 加甲醇制成 0.24 mg·mL⁻¹ 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液制备

取党参药材粉末 (过 3号筛) 约 2 g 精密称定, 置 100 mL具塞三角瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定重量。超声 30 min, 静置至室温, 称定重量, 用甲醇补足减失重量, 摇匀, 过滤。精密量取 25 mL续滤液, 置蒸发皿中, 水浴蒸干。残渣以甲醇溶解

[△] [基金项目] 国家公益性行业科研专项基金项目 (200807020)

[通讯作者] * 李成义, Tel (0931) 8765385, E-mail gslchengy@163.com; * 赵润怀, Tel (010) 61252980

E-mail zhaoth@sino-ttm.com

并定量转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液即为供试样品溶液。

2.4 线性关系考察

分别吸取上述 0.24 mg mL^{-1} 党参炔苷对照品溶液 1.0 2.0 4.0 6.0 8.0 10.0 μL 进样, 以峰面积 (Y) 对进样量 (X) 进行线性回归计算, 得回归方程为 $Y = 523.16X - 1.6873$ ($r = 0.9999$)。结果表明, 党参炔苷进样量在 0.24~2.40 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

精密吸取浓度为 0.096 mg mL^{-1} 的对照品溶液, 重复进样 6 次, 每次进样 10 μL , 党参炔苷峰面积的 $\text{RSD} = 1.37\%$, 表明精密度良好。

2.6 稳定性试验

取同一批 (甘肃首阳镇硫熏) 样品约 2 g 精密称定, 按 2.3 项的方法制备供试品溶液, 室温下放置, 分别在 0 2 4 8 10 16 24 h 进样测定。党参炔苷峰面积的 $\text{RSD} = 2.74\%$, 表明供试品溶液在 24h 内基本稳定。

2.7 重复性试验

取同一批 (甘肃首阳镇硫熏) 样品约 2 g 平行 6 份, 精密称定, 按 2.3 项的方法制备供试品溶液, 依法测定, 计算党参炔苷的含量, 其 $\text{RSD} = 2.34\%$, 表明重复性良好。

2.8 加样回收率试验

取已知含量的同一批样品 (甘肃首阳镇硫熏) 共 6 份, 称定重量, 分别加入一定量的党参炔苷对照品, 按 2.3 项的方法制备供试品溶液, 在同样色谱条件下测定其党参炔苷的含量, 计算加样回收率, 结果见表 1。

表 1 党参炔苷加样回收率试验

称样量 /g	样品中含 量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收 率 /%	RSD /%
1.0021	0.7628	1.2427	100.32	98.35	1.72
1.0011	0.7621	1.2189	95.36		
1.0016	0.7624	1.2346	98.62		
1.0047	0.7648	1.2304	97.74		
1.0049	0.7650	1.2353	98.77		
1.0043	0.7645	1.2378	99.28		

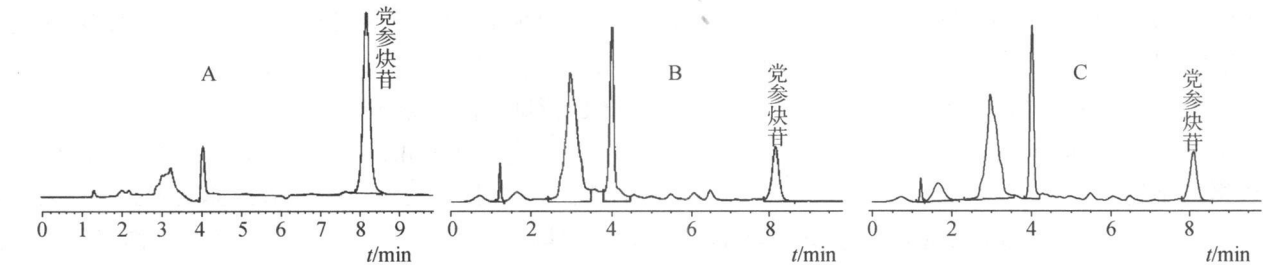
注: 党参炔苷对照品加入量均为 0.48 mg

2.9 样品含量测定

按 2.3 项的方法制备供试品溶液, 对采集的不同产地同一批次的硫熏党参药材进行含量测定, 结果见表 2 图 1。

表 2 党参样品中党参炔苷含量测定

		mg g^{-1}		
产地	组别	称样量 /g	党参炔苷含量	党参炔苷平均含量
甘肃临洮县	未硫熏	2.0046	1.2451	1.3096
		2.0079	1.3690	
		2.0087	1.3148	
	硫熏	2.0063	1.1097	1.0937
		2.0062	1.1014	
		2.0081	1.0699	
甘肃首阳镇	未硫熏	2.0009	1.5646	1.6777
		2.0060	1.7457	
		2.0062	1.7227	
	硫熏	2.0008	0.7306	0.7332
		2.0006	0.7461	
		2.0006	0.7229	
重庆市城口县	未硫熏	2.0024	2.2300	2.2645
		2.0009	2.2415	
		2.0040	2.3220	
	硫熏	2.0068	1.2679	1.2520
		2.0029	1.2465	
		2.0027	1.2417	



A. 党参炔苷对照品 B. 临洮县未硫熏党参 C. 临洮县硫熏党参

图 1 党参炔苷对照品和党参样品 HPLC 图

3 结果与讨论

3.1 结果

从上述实验结果可以看出, 不同产地党参药材

硫熏前后党参炔苷含量明显下降, 其中甘肃临洮县含量下降 16.49%, 甘肃首阳县含量下降 56.30%, 重庆市城口县野生党参含量下降 44.71%。

3. 2 讨论

本研究参照文献的报道^[6], 经反复试验比较, 在党参炆苷的 HPLC 分析实验中, 曾用乙腈-水溶液 (20:80) 进行试验, 党参炆苷的分离度不佳, 有拖尾现象, 经反复摸索流动相比比例, 最终选择乙腈-水 (22:78) 流动相, 分离效果最佳, 保留时间适宜, 故选用其作为流动相。并对超声时间做单因素考察, 发现提取 60 min 和 30 min 对党参炆苷溶出率影响不大, 没有显著性差异, 故确定实际提取时间为 30 min。

实验结果表明, 党参采用硫熏加工对它的活性成分之一党参炆苷损失较大, 且熏蒸后的药材中残留的 SO₂ 对人体有害, 建议在今后的产地加工过程中对党参药材应严格控制硫熏, 避免活性成分的下降, 保证药材质量, 进而确保临床疗效。硫熏使党参炆苷含量下降的机理, 有待进一步研究。TCM

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典 (一部) [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 264-265.
- [2] Wang ZI, Xu GJ, Hattori M, et al. Constituents of the root of *Codonopsis pilsburyi* [J]. 生药学杂志 (日), 1998, 42 (4): 339.
- [3] 朱恩圆, 贺庆, 王峰涛, 等. 党参化学成分研究 [J]. 中国药科大学学报, 2001, 32 (2): 94.
- [4] He Q, Zhu EY, Wang ZI, et al. Flavones isolated from *Codonopsis xundianensis* [J]. Chin Pharm Sci, 2004, 13 (3): 212.
- [5] 宋丹, 王峰涛, 李隆云, 等. 党参炆苷对胃溃疡模型大鼠胃粘膜损伤保护作用的研究 [J]. 中国中医急症, 2008, 17 (7): 963-964.
- [6] 孙庆文, 黄敏, 何顺志. HPLC 测定 7 种党参类植物中的党参炆苷 [J]. 华西药理学杂志, 2009, 24 (3): 290-292.

(收稿日期 2010-11-26)

Effect of Sulphur Fumigation on Lobetyolin in *Codonopsis Radix*

Li Chengyi¹, Wei Xueming¹, Wang Mingwei¹, Li Shuo¹, Zhou Haiyan², Zhao Runhui²

(1. Gansu College of Traditional Chinese Medicine, Lanzhou Gansu 730000 China;

2. China National Corp. of Traditional & Herbal Medicine, Beijing 102600 China)

[Abstract] **Objective** To determine the effect of sulphur fumigation on lobetyolin of *codonopsis radix*. **Methods** The contents of lobetyolin in the *codonopsis radix* were determined by HPLC. The assay was performed on a ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) at the temperature of 30 °C, eluted with a mobile phase consisted of acetonitrile-H₂O (28:72) at a flow rate of 1 mL·min⁻¹. The UV detector was set at 269 nm. **Results** The content of lobetyolin in *codonopsis radix* was decreased obviously after sulphur fumed. **Conclusion** The quality of *codonopsis radix* was affected by sulphur fumigation. In considering people's health, sulphur fumigation should be restricted.

[Key words] *Codonopsis radix*; Sulphur fumigation; Lobetyolin; HPLC

信息天地

《中药资源可持续利用导论》

《中药资源可持续利用导论》由中国医学科学院药用植物研究所陈士林、肖培根教授主编, 分为 10 章, 共 80 万字。本书系统介绍了我国中药资源可持续利用的现状和发展趋势。内容包括中药资源调查、中药区划与产地适宜性分析、中药资源野生抚育与引种驯化、栽培药材生产的可持续发展、中药新资源开发利用, 以及中药资源可持续利用模式和战略、濒危中药资源评价与监测等, 同时附有研究实例。本书内容丰富, 具有较高的学术和实用价值, 可供从事中药资源研究及相关产业人员使用参考。

地 址: 北京市海淀区西四环北路 15 号依斯特大厦 8 层

邮 编: 100195

联系电话: 010-88468211