

· 学术论坛 ·

益母草膏存储过程中的水苏碱的含量变化及影响因素

王玉 郭茂凤 徐艳 秦昆明 蔡宝昌

【摘要】 目的 探讨益母草膏在储存过程中其指标性成分盐酸水苏碱含量降解的影响因素。

方法 采用薄层扫描法测定益母草膏中盐酸水苏碱的含量,考察不同温度(15℃、35℃)和光照(避光、见光)对益母草膏存储过程中盐酸水苏碱含量的影响。**结果** 温度对盐酸水苏碱的含量影响较小,并非主要影响因素;光照可以引起益母草膏中盐酸水苏碱的分解,益母草膏在见光保存的条件下储存 4 个月,盐酸水苏碱的含量降低 43.3%。**结论** 益母草膏中的盐酸水苏碱对光照不稳定,在生产和储存过程中均需要避光保存。

【关键词】 益母草膏; 盐酸水苏碱; 薄层色谱法; 含量

【中图分类号】 R284.2 **【文献标识码】** A doi:10.3969/j.issn.1674-1749.2012.05.012

益母草膏具有活血调经、利尿消肿、清热解毒之功效,用于血瘀所致的月经不调、产后瘀阻等症,有“经产良药”之称。益母草膏中的主要活性成分为水苏碱,水苏碱具有较好的药用价值,具有兴奋子宫、改善血液流变学、抗血栓的作用^[1,2]。益母草膏为江苏海昇药业有限公司注册品种之一(批准文号:国药准字 Z32020766),由原江苏金康药业有限公司注册变更而来。在注册变更前,江苏海昇药业有限公司试生产了三批,在储存过程中发现盐酸水苏碱的含量有降解现象,故对其稳定性进行了研究,考察了可能引起水苏碱降解的相关因素,为益母草膏的质量标准修订提供参考依据。

1 资料与方法

1.1 仪器与试剂

SCANNER 3 薄层扫描仪(瑞士 CAMAG 公司);RE-2000B 型旋转蒸发器(巩义宇翔仪器有限公司);YP-250SD 稳定性试验箱(上海迈捷实验设备有限公司);KQ5200DE 数控超声仪(昆山超声仪器有限公司);202 型电热恒温干燥箱(山东潍坊医药集团有限公司)。

益母草膏为江苏海昇药业有限公司自制产品,批号:S101001、S101002、S101003;盐酸水苏碱对照品(批号:100416),购自中国药品生物制品检定所;其余试剂为分析纯。

基金项目:南京市科技计划项目(201007005);江苏省企业博士集聚计划项目

作者单位:210061 南京海昌中药集团有限公司(王玉、郭茂凤、徐艳、秦昆明、蔡宝昌);南京中医药大学国家教育部中药炮制规范化及标准化工程研究中心(蔡宝昌)

作者简介:王玉(1975-),本科,工程师。研究方向:中药新药开发。E-mail: wjn0206@163.com

通讯作者:蔡宝昌(1952-),硕士,教授,博士生导师。研究方向:中药质量标准。E-mail: bccai@126.com

1.2 供试品溶液和对照品溶液的制备

取本品 3 g,置烧杯中,精密称定,加水 10 ml 溶解,用稀盐酸调节 pH 值至 1~2,通过 732 钠型强酸性阳离子交换树脂柱(内径 2 cm,柱高 15 cm)上,用水洗脱至洗脱液近无色,弃去洗液,再用 2 mol/L 氨溶液 150 ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至 10 ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,静置,取上清液作为供试品溶液。

取盐酸水苏碱对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 ml 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

1.3 薄层色谱分析法

按照《中国药典》2010 版益母草膏中水苏碱的含量测定的方法,用薄层扫描法检测盐酸水苏碱含量^[3]。精密吸取供试品溶液 8 μl、对照品溶液 3 μl 与 8 μl,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-乙酸乙酯-盐酸(8:1:3)为展开剂,展开,取出,晾干,在 105℃ 加热 15 分钟,放冷,喷以 1% 三氯化铁乙醇溶液-稀碘化铋钾试液(1:10)混合溶液至斑点显色清晰,晾干,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,照薄层色谱法进行扫描,波长:λs=510 nm,测量供试品吸收峰积分值与对照品吸收峰积分值,计算,即得。

计算公式为:Y=481584X+5462.2(Y:峰面积;X:样品中的毫克数)。

1.4 温度条件的控制

取益母草膏样品 12 瓶(每瓶 250 g,白色透明玻璃瓶密封),每个批号(S101001、S101002、S101003)各 4 瓶,分别置于(15±1)℃和(35±1)℃恒温箱中,每批次每个温度下各 2 瓶,储存 4 个月(3~6 月份),储存前用黑色的遮光纸密闭包裹原来的包装,4 个月后开盖,用玻璃棒搅拌均匀,取适量样品按照上述方法制备样品溶液后进行检测。

1.5 光照条件的控制

取益母草膏样品 12 瓶(每瓶 250 g,白色透明玻璃瓶密

封),每个批号(S101001、S101002、S101003)各 4 瓶,置于普通样品留样室同一地点的样品架(通透货架)上,每个批次取 2 瓶在原来包装的基础上,采用黑色的遮光纸密闭包裹(即避光保存),另外 6 瓶采用原来的包装(白色透明玻璃瓶密封)见光保存(室内自然光),温度为普通留样室温度(常温:10~30℃)、时间为 4 个月(3~6 月份)。以盐酸水苏碱含量为考察指标。4 个月后开盖,开盖后用玻璃棒搅拌均匀,取适量样品按照上述方法制备样品溶液后进行检测。

2 结果

2.1 温度对盐酸水苏碱含量的影响

益母草膏在实际储存中,温度是储存条件控制的关键参数之一,故考察温度参数对盐酸水苏碱含量的影响。结果显示:在(15±1)℃储存条件下,3 批产品中盐酸水苏碱平均含量为 5.08 mg/g;在(35±1)℃储存条件下,3 批产品中盐酸水苏碱的平均含量为 5.05 mg/g,说明温度对盐酸水苏碱的稳定性影响较小。

表 1 储存温度对益母草膏中盐酸水苏碱含量变化的影响

批号	15℃样品 1	15℃样品 2	35℃样品 1	35℃样品 2
S101001	4.53	4.58	4.44	4.56
S101002	4.42	4.52	4.47	4.39
S101003	6.18	6.26	6.26	6.22

2.2 光照对盐酸水苏碱含量的影响

益母草膏在实际储存中,光照是储存条件控制的另一个关键参数,故本研究考察光照参数对盐酸水苏碱含量的影响。结果表明:光照对益母草膏中盐酸水苏碱的含量变化有显著影响,在避光保存条件下,3 批产品中盐酸水苏碱的平均含量为 5.31 mg/g,在见光保存条件下,盐酸水苏碱的平均含量为 3.01 mg/g,含量降低了 43.3%,见光降解为盐酸水苏碱含量下降的主要原因。

表 2 光照条件对益母草膏中盐酸水苏碱含量变化的影响

批号	避光样品 1	避光样品 2	见光样品 1	见光样品 2
S101001	4.79	4.81	2.69	2.73
S101002	4.72	4.78	2.60	2.68
S101003	6.31	6.45	3.60	3.76

3 讨论

益母草膏为益母草经加工制成的煎膏,属妇科用药,具有活血调经、利尿消肿、清热解毒之功效。益母草膏可用于经闭、痛经及产后瘀血腹痛等症。黄鸣清等^[4]研究发现益母草药材储存一年后,盐酸水苏碱保留率仅为 40% 左右,并且研究认为见光分解是盐酸水苏碱含量降低的主要原因。海昇药业有限公司在益母草膏成品储存的留样观察中,发现了盐酸水苏碱的含量随着时间的推移有明显的降解现象,所以通过该研究确认益母草提取物及含益母草的制剂中盐酸水苏碱是否也会见光分解。本研究在产业化条件下,对益母草膏中盐酸水苏碱含量变化的原因进行探讨,对可能影响盐酸水苏碱含量变化的温度因素和光照因素进行研究,结果表明,含益母草制剂益母草膏中盐酸水苏碱见光易降解,没有采取避光保存的益母草膏放置 4 个月后,盐酸水苏碱保留率仅为 60% 左右。

盐酸水苏碱含量是控制益母草膏质量的重要指标之一,本研究提示,盐酸水苏碱见光易降解,故益母草膏成品在储藏过程中应避光、密封保存。针对益母草膏中盐酸水苏碱在见光条件下容易分解,导致含量降低的问题,笔者建议在益母草膏等以益母草为主要原料的产品生产过程中,对益母草原药材、益母草饮片、中间提取物清膏等均应避光存储,建议将成品的包装白色透明的玻璃瓶更换为避光的棕色玻璃瓶。同时,笔者也将在此基础上进行进一步深入研究,探讨盐酸水苏碱见光分解的化学反应机理,阐明其见光分解的机制,为指导益母草膏产品的规范化生产及安全有效使用提供依据。

参 考 文 献

[1] 李林. 水苏碱的研究概况[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(3): 930-931.
[2] 马玉红, 杨解人. 水苏碱对家兔心肌缺血再灌注损伤的保护作用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(5): 40-42.
[3] 国家药典委员会. 中国药典[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010.
[4] 黄鸣清, 陈瑞云, 谢友良, 等. 盐酸水苏碱在中药生产过程中的含量变化及影响因素研究[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(10): 1587-2589.

(收稿日期: 2012-02-10)

(本文编辑: 钮丽霞)

建议参考文献引格式:
王玉, 郭茂凤, 徐艳, 等. 益母草膏存储过程中的水苏碱的含量变化及影响因素[J]. 环球中医药, 2012, 5(5): 362-363.