

含挥发油饮片-桂枝饮片标准汤剂 质量标准的建立及探讨

邓哲^{1,2}, 冯伟红², 章军², 焦梦姣², 张国瑗², 王淑慧², 程锦堂², 刘安^{2*}

(1. 江西中医药大学, 江西 南昌 330004;
2. 中国中医科学院 中药研究所, 北京 100700)

摘要 制备桂枝饮片标准汤剂并建立质量标准,为配方颗粒等临床非传统用药形式提供质量参照,同时也为含挥发油的饮片标准汤剂研究提供参考。从市场上收集 14 批不同质量的桂枝饮片,在中药饮片标准汤剂制备原则基础上进一步完善提取工艺,制备桂枝饮片标准汤剂,计算出膏率、桂皮醛的转移率、pH 等参数,评价工艺稳定性;建立指标成分含量测定方法和特征图谱。结果表明桂枝饮片标准汤剂的出膏率为 6.06%~8.95%,平均出膏率为 7.18%;桂皮醛转移率为 29.6%~54.3%,平均转移率为 43.2%;pH 4.33~4.82。14 批桂枝饮片标准汤剂特征图谱与对照特征图谱相似度均>0.9。该研究建立的制备方法稳定、质量标准完善,适用于桂枝饮片标准汤剂质量评价。

关键词 桂枝饮片; 挥发油; 标准汤剂; 质量标准

DOI:10.19540/j.cnki.cjcmm.20170609.002

Establishment of quality standard and discussion on standard decoction containing volatile oil pieces-Cinnamomi Ramulus pieces

DENG Zhe^{1,2}, FENG Wei-hong², ZHANG Jun², JIAO Meng-jiao², ZHANG Guo-yuan²,
WANG Shu-hui², CHENG Jin-tang², LIU An^{2*}

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China;
2. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] To prepare Cinnamomi Ramulus pieces standard decoction and establish its quality standard, provide quality reference for formula granules and other clinic non-traditional forms of medicines, and lay a foundation for standard decoction research for the pieces containing essential oil. 14 batches of Cinnamomi Ramulus pieces with different quality were collected from market and their extraction process was further improved based on the preparation principle of standard decoction to prepare the standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces. Then its transfer rate of Cinnamaldehyde, dry extract rate and pH value were calculated to evaluate its process stability; and a method for chromatographic fingerprint and content determination was also established. Results revealed that the dry extract rate for standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces was from 6.06%~8.95%, with an average value of 7.18%; the transfer rate of cinnamaldehyde was at the range of 29.6%~54.3%, with an average of 43.2%; and the pH value was at the range of 4.33~4.82. The fingerprint similarities between 14 batches of standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces and reference fingerprint were all>0.9. The established method for standard decoction was stable and its quality standard was perfect, suitable for evaluating the quality of standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces.

[Key words] Cinnamomi Ramulus pieces; volatile oil; standard decoction; quality standard

收稿日期 2017-04-16

基金项目 北京市科委“十病十药”研发专项(Z171100001717029); 中国中医科学院“十三五”重点领域研究专项(ZZ10-007)

通信作者 * 刘安, 研究员, 主要从事中药化学研究, Tel: (010) 64014411-2938, E-mail: aliu@icmm.ac.cn

作者简介 邓哲, 硕士研究生, 研究方向为中药分析, E-mail: dengzhe9202@163.com

中药饮片标准汤剂是以中医理论为指导、临床应用为基础,参考现代提取方法,经标准化工艺制备而成的单味中药饮片水煎剂,用于标化临床用药,保障用药的准确性和剂量的一致性^[1]。中药标准汤剂作为一种标准物质和标准体系,可以标化所有以水为溶媒的包括配方颗粒在内的新型用药形式。它能够有效的解决配方颗粒标准不统一而导致配方颗粒市场“乱”相的问题^[2]。2016 年 8 月 5 日国家药典委起草的“中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求(征求意见稿)”也明确提出中药配方颗粒的所有药学研究均须与标准汤剂进行对比,以保证与标准汤剂质量一致性。

桂枝来源于樟科植物肉桂 *Cinnamomun cassia* Presl 的干燥嫩枝。其辛、温、甘,归心、肺、膀胱经,具有发汗解肌、温通经脉、助阳化气、平冲降气之功效^[3]。临床多用于风寒感冒、脘腹冷痛、血塞经闭、关节痹痛、痰饮、水肿、心悸等症。现代药理研究表明它有抑菌、抗炎、抗过敏、抗肿瘤、抗病毒、利尿、解热、镇痛、扩张血管等多种药理活性^[4]。桂枝主要含有挥发性成分、有机酸类、香豆素类等化学成分,其中以桂皮醛为主的挥发性成分是其发挥药效的物质基础。据统计,它是《伤寒论》中继甘草临床应用第二多的药物。结合文献,有关标准汤剂研究的报

道主要集中在不含挥发油的中药饮片上,如黄芩^[5]、甘草^[6]、白芍^[7]、人参^[8]、红花^[9]、葛根^[10]等。而对于含挥发油、指标成分水溶性差的饮片鲜有文章报道。本文开展了桂枝饮片标准汤剂质量标准研究,以期含挥发油类成分的中药饮片标准汤剂研究提供参考。

1 材料

1.1 仪器与试剂

Waters Alliance 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司,2695 四元溶剂管理器,2996 二极管阵列检测器,Empower 3 色谱工作站),XS205 型 1/10 万电子分析天平(瑞士,梅特勒-托利多仪器有限公司);KQ-250 DE 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);桂皮醛对照品(成都克洛玛生物科技有限公司,经 HPLC 面积归一化法测定,纯度 > 98%,批号 CHB-G-029),甲醇、乙腈均为 HPLC 级(美国, Fisher 公司),水为娃哈哈纯净水,其他试剂均为分析纯。

1.2 样品

本研究共收集了 14 批桂枝饮片,其来源于市场上 7 家中药饮片企业,包含 3 个不同产地及不同品质的饮片。经 DNA 条形码鉴定,14 批样品均为樟科植物肉桂 *C. cassia* 的干燥嫩枝。其具体信息见表 1。

表 1 14 批桂枝饮片信息

Table 1 information of 14 batches Cinnamomi Ramulus pieces

No.	规格	产地	厂家	生产批号	生产日期
GZ-01	一等	广西	北京华邈中药工程技术开发中心	SA7181	2015-07-18
GZ-02	二等	广西	北京华邈中药工程技术开发中心	SA7181	2015-07-18
GZ-03	统	广西	江西樟树天齐堂中药饮片有限公司	1606006	2016-06-08
GZ-04	选	广西	江西樟树天齐堂中药饮片有限公司	1606006	2016-06-08
GZ-05	一等	广西	安国市昌达中药材饮片有限公司	1406001	2014-06-03
GZ-06	二等	广西	安国市昌达中药材饮片有限公司	1406001	2014-06-03
GZ-07	段	广西	亳州市沪谯药业有限公司	1604230206	2016-04-23
GZ-08	斜薄片	广西	亳州市沪谯药业有限公司	1607100202	2016-07-10
GZ-09	斜薄片	广西	亳州市沪谯药业有限公司	1605260142	2016-05-28
GZ-10	统片	湖北	黄冈金贵中药产业发展有限公司	D6040101	2016-04-21
GZ-11	-	广西	上海华宇药业有限公司	LY1603020	2016-03-04
GZ-12	-	广东高要	深圳津村药业有限公司	BJ-0019	2016-05-09
GZ-13	-	广东高要	深圳津村药业有限公司	BJ-0020	2016-05-09
GZ-14	-	广东高要	深圳津村药业有限公司	BJ-0021	2016-05-09

2 方法与结果

2.1 桂枝饮片桂皮醛含量测定

按照 2015 年版《中国药典》方法测定 14 批

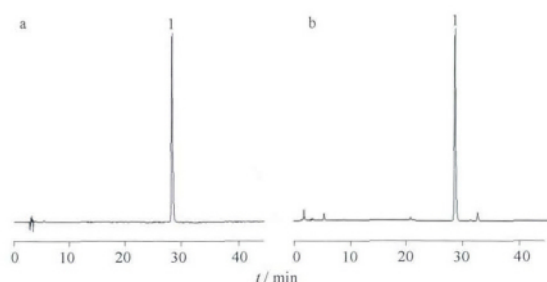
桂枝饮片中桂皮醛的含量,见表 2。结果表明 14 批桂枝饮片均符合桂皮醛不得少于 1.0% 的限量要求。

2.2 桂枝饮片标准汤剂的制备

将符合药典标准的饮片,在《中药标准汤剂研究策略》一文中建议枝干皮藤类煎煮工艺的基础上,稍作改进,进行桂枝饮片标准汤剂的制备。其具体工艺参数为:取桂枝饮片 100 g,加 8 倍量的水浸泡 30 min 后,置挥发油提取器中提取 2 h,接出挥发油,水提液滤过,药渣再加 7 倍量的水,于挥发油提取器中继续提取 30 min,接出挥发油,水提液滤过。合并 2 次水提液,浓缩至适量,合并 2 次提取的挥发油,加入浓缩液中,并加入适量的聚氧乙烯脱水山梨醇单油酸酯(吐温-80),混匀,定容至 500 mL,摇匀,得到规格为 $0.2 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的桂枝饮片标准汤剂。

2.3 桂枝饮片标准汤剂中桂皮醛含量测定

2.3.1 色谱条件 Chromegabond WR C_{18} 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 乙腈(A)-水(B), 梯度洗脱(0 ~ 30 min, 10% ~ 40% A; 30 ~ 45 min, 40% A), 柱温 30 $^{\circ}\text{C}$, 流速 1 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$, 检测波长 290 nm, 进样量 10 μL 。在此条件下,供试品溶液中的桂皮醛与其他成分分离良好,见图 1。



a. 对照品; b. 样品; 1. 桂皮醛。

图 1 桂枝饮片标准汤剂 HPLC 图

Fig. 1 HPLC spectrums of standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces

2.3.2 对照品溶液的制备 取经五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 h 的桂皮醛对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 24 μg 的溶液,即得。

2.3.3 供试品溶液的制备 取桂枝饮片标准汤剂摇匀,精密吸取量取 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,过 0.22 μm 微孔滤膜,取续滤液,即得。

2.3.4 线性关系考察 精密吸取 2.3.2 项下的桂皮醛对照品溶液 0.2, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,按 2.3.1 项

下方法进样,测定桂皮醛的峰面积,以桂皮醛的进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标,得到回归方程 $Y = 1.08 \times 10^7 X + 3.25 \times 10^4$, $R^2 = 0.9999$, 线性范围 0.024 0 ~ 1.08 μg 。

2.3.5 精密度试验 取同一桂枝饮片标准汤剂供试品溶液,按 2.3.1 项下色谱条件方法连续进样 6 次,计算供试品溶液中桂皮醛的峰面积的 RSD 为 0.20%,表明仪器精密度良好。

2.3.6 重复性试验 平行制备 6 份桂枝饮片标准汤剂供试品溶液,按 2.3.1 项下色谱条件进样,结果桂枝饮片标准汤剂中桂皮醛的平均含量为 $0.83 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, RSD 为 1.1%,表明该方法的重复性良好。

2.3.7 稳定性试验 取桂枝饮片标准汤剂供试品溶液,分别于供试品溶液制备后 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 按 2.3.1 项下色谱条件测定,计算桂皮醛的峰面积的 RSD 为 0.30%,表明供试品溶液在制备后 24 h 内稳定。

2.3.8 加样回收试验 取已知含量的桂枝饮片标准汤剂($0.99 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$),根据标准汤剂中桂皮醛的含量按约 1:1 的量添加桂皮醛对照品(0.495 9 mg),平行制备 6 份供试品溶液,按 2.3.1 项下色谱条件进行试验,计算供试品溶液中桂皮醛的平均加样回收率为 95.20%, RSD 为 0.45%,表明该方法的准确度较好。

2.3.9 样品测定 精密吸取对照品溶液 20 μL 、桂枝饮片标准汤剂供试品 5 μL 按 2.3.1 项下色谱条件测定,按外标一点法计算桂皮醛含量,测定 14 个批次,每批次平行 2 份,结果见表 2。

2.4 桂枝饮片标准汤剂转移率计算及其他参数测定

2.4.1 转移率计算 以桂皮醛为指标,计算其转移率,得出桂皮醛转移率为 29.6% ~ 54.3%,平均转移率为 43.2%,结果见表 2。

2.4.2 其他参数测定 pH 用 pH 计(sartorius PB-10)测定, pH 4.33 ~ 4.82, 结果见表 2。出膏率取桂枝饮片标准汤剂适量,摇匀,精密吸取 10 mL 置已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干, 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘 3 h, 取出, 置干燥器中冷却 30 min, 称定质量, 每批平行 2 份, 出膏率为 6.06% ~ 8.95%, 平均出膏率为 7.18%。结果见表 2。

2.5 特征图谱的建立

2.5.1 色谱条件 同 2.3.1 项色谱条件,稍有不同是特征图谱检测波长为 254 nm。

表 2 桂枝饮片标准汤剂检测 (n=2)

Table 2 Results of standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces (n=2)

No.	饮片		汤剂		pH	出膏率		转移率 /%
	桂皮醛	RSD	桂皮醛	RSD		出膏率	RSD	
	/%	/%	$\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	/%		/%	/%	
GZ-01	1.04	1.7	0.726	1.2	4.65	7.25	0.20	35.0
GZ-02	1.64	2.1	1.582	0.20	4.44	8.95	0.30	48.1
GZ-03	1.72	0.78	1.468	0.10	4.77	6.06	0.20	42.7
GZ-04	1.65	0.24	1.538	0.021	4.38	7.90	0.20	46.7
GZ-05	1.35	0.86	1.294	0.10	4.54	6.32	0.012	47.9
GZ-06	1.03	0.18	0.610	2.1	4.48	6.58	0.70	29.6
GZ-07	1.24	0.030	0.974	0.10	4.78	6.24	0.40	39.4
GZ-08	1.09	0.22	0.192	0.10	4.52	6.60	0.50	41.8
GZ-09	1.02	1.8	0.782	0.10	4.51	6.96	0.30	38.5
GZ-10	1.46	0.67	1.390	2.8	4.82	6.32	0.30	47.7
GZ-11	1.01	0.15	0.964	0.30	4.47	7.40	0.40	42.4
GZ-12	1.25	0.15	1.018	0.50	4.43	8.41	0.10	40.6
GZ-13	1.11	0.010	1.206	0.40	4.55	7.16	0.010	54.3
GZ-14	1.25	0.043	1.192	0.20	4.33	8.41	0.80	47.5

2.5.2 供试品溶液制备 同 2.3.3 项下供试品溶液制备方法。

2.5.3 精密度试验 取同一批桂枝饮片标准汤剂 (GZ-09) 供试品溶液,按 2.3.1 项下方法连续进样 6 次,以桂皮醛峰(7 号峰)为参照峰,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD,结果表明各峰相对保留时间 RSD < 0.1%,相对峰面积 RSD < 2.0%,表明仪器精密度良好。

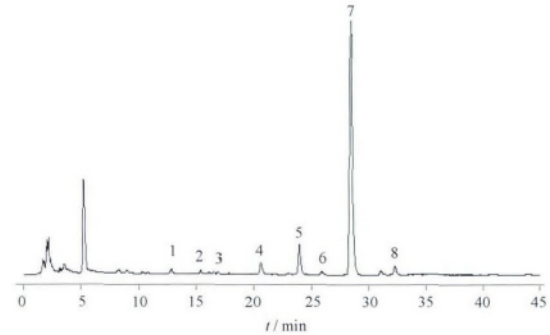
2.5.4 重复性试验 平行制备 6 份桂枝饮片标准汤剂(GZ-09) 供试品溶液,按 2.3.1 项下方法进样,测定桂枝标准汤剂供试品溶液中各特征峰的保留时间和峰面积。以桂皮醛峰为参照峰,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD,结果表明各峰相对保留时间的 RSD < 0.30%,相对峰面积的 RSD < 2.0%,表明该方法的重复性较好。

2.5.5 稳定性试验 取桂枝饮片标准汤剂(GZ-09) 供试品溶液,分别于供试品溶液制备后第 0,2,4,8,12,24 h 按 2.3.1 项下方法进样测定,以桂皮醛为参照峰,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD。结果各峰相对保留时间的 RSD < 0.20%,相对峰面积的 RSD < 1.9%,表明桂枝标准汤剂供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.5.6 样品检测与分析 分别取 14 批桂枝饮片标准汤剂,按 2.3.3 项下方法制备供试品溶液,再按 2.5.1 项下色谱条件分别测定,记录 HPLC 图,见图

• 2694 •

2。将 14 批供试品色谱图导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统软件(2004A),采用中位数法,时间窗为 0.1,进行相似度计算,见图 3,表 3。结果发现 14 批桂枝饮片标准汤剂与对照特征图谱相似度均 > 0.9,表明各批次桂枝饮片标准汤剂具有较好的一致性。



7. 桂皮醛。

图 2 桂枝饮片标准汤剂特征图谱

Fig. 2 HPLC specific chromatograms of standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces

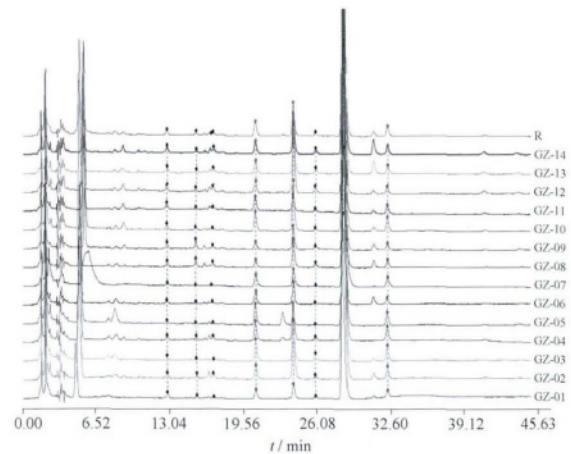


图 3 14 批桂枝饮片标准汤剂特征图谱

Fig. 3 HPLC fingerprints of 14 batches Cinnamomi Ramulus pieces

2.6 工艺稳定性验证

取同一批饮片样品 (GZ-09),按 2.2 项下桂枝饮片标准汤剂制备方法平行制备 3 份标准汤剂试样,分别按 2.3.3 项下供试品溶液制备方法制备供试品,依照 2.3.1 项下色谱条件测定桂枝饮片标准汤剂中桂皮醛的含量,计算转移率,并进行其他参数的测定。3 次试验中桂皮醛的平均质量分数为 $1.012 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$,RSD 为 9.5%;平均转移率为 46.4%,

表 3 14 批桂枝饮片标准汤剂特征图谱相似度

Table 3 Fingerprint similarities of 14 batches of standard decoction of Cinnamomi Ramulus pieces

No.	GZ-01	GZ-02	GZ-03	GZ-04	GZ-05	GZ-06	GZ-07	GZ-08	GZ-09	GZ-10	GZ-11	GZ-12	GZ-13	GZ-14	对照特征图谱
GZ-01	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.998	1.000	0.999	0.999	0.999	1.000	0.993	0.997	0.999	0.999
GZ-02	0.998	1.000	0.999	0.999	0.994	0.999	0.998	1.000	0.999	1.000	0.998	0.998	1.000	1.000	1.000
GZ-03	0.999	0.999	1.000	1.000	0.997	0.999	1.000	0.999	0.999	1.000	0.999	0.996	0.999	1.000	1.000
GZ-04	1.000	0.999	1.000	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.999	0.999	1.000	0.994	0.998	0.999	1.000
GZ-05	0.999	0.994	0.997	0.998	1.000	0.994	0.998	0.995	0.995	0.995	0.999	0.985	0.992	0.995	0.996
GZ-06	0.998	0.999	0.999	0.999	0.994	1.000	0.999	0.999	0.999	1.000	0.998	0.997	0.999	0.999	0.999
GZ-07	1.000	0.998	1.000	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.999	0.999	1.000	0.993	0.997	0.999	0.999
GZ-08	0.999	1.000	0.999	0.999	0.995	0.999	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	0.997	0.999	1.000	1.000
GZ-09	0.999	0.999	0.999	0.999	0.995	0.999	0.999	1.000	1.000	0.999	0.999	0.996	0.999	1.000	1.000
GZ-10	0.999	1.000	1.000	0.999	0.995	1.000	0.999	1.000	0.999	1.000	0.999	0.997	0.999	1.000	1.000
GZ-11	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.998	1.000	0.999	0.999	0.999	1.000	0.992	0.997	0.999	0.999
GZ-12	0.993	0.998	0.996	0.994	0.985	0.997	0.993	0.997	0.996	0.997	0.992	1.000	0.999	0.997	0.996
GZ-13	0.997	1.000	0.999	0.998	0.992	0.999	0.997	0.999	0.999	0.999	0.997	0.999	1.000	1.000	0.999
GZ-14	0.999	1.000	1.000	0.999	0.995	0.999	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	0.997	1.000	1.000	1.000
对照特征图谱	0.999	1.000	1.000	1.000	0.996	0.999	0.999	1.000	1.000	1.000	0.999	0.996	0.999	1.000	1.000

RSD 为 9.5%; 平均 pH 为 4.40, RSD 为 2.3%; 平均出膏率为 6.72%, RSD 为 2.2%。以上各指标结果表明改进后的工艺稳定, 见表 4。

表 4 工艺稳定性验证结果($n=2$)Table 4 Results of process stability validation ($n=2$)

样品	桂皮醛 / $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	RSD / %	转移率 / %	pH	出膏率 / %	RSD / %
GZ-09-1	0.912	0.1	41.8	4.52	6.60	0.4
GZ-09-2	1.018	0.2	46.7	4.36	6.67	0.5
GZ-09-3	1.104	0.8	50.6	4.33	6.88	1.0

3 讨论

3.1 不同品质的样品

本研究收集了广西、广东、湖北 3 个产地的桂枝饮片, 以广西居多, 其中广西既是道地产区也是主产区。同时这些桂枝饮片来源于 7 个几乎分散全国的不同厂家, 包含有不同规格、不同生产日期的饮片。所研究的样品基本能代表市场上所有流通的桂枝饮片。

3.2 供试品处理考察

对桂枝饮片标准汤剂前处理重点考察了溶剂种类和稀释倍数。溶剂种类中考察了纯水、无水乙醇、甲醇 3 种溶媒, 结果发现甲醇处理效果最优, 测得的桂皮醛含量最高。稀释倍数考察了 5, 10, 25, 50 倍, 不同稀释倍数, 桂皮醛含量接近, 10 倍稍高点, 因此

选择稀释 10 倍。所以桂枝饮片标准汤剂前处理为取 1 mL 样品, 用甲醇稀释 10 倍。

3.3 桂枝饮片外观形态与标准汤剂中指标成分含量、转移率和出膏率的相关性

桂枝饮片目前主要是切斜片和切段 2 种形式。桂枝饮片的同外观形状是否直接影响到汤剂中桂皮醛含量、转移率及出膏率? 从研究结果分析, 转移率及出膏率与外观形状没有显著的关系, 而与汤剂中桂皮醛含量相关。一般个小的桂枝饮片其汤剂中桂皮醛含量相对较高。这与药典规定的桂枝来源于嫩枝以及桂皮醛主要分布在桂枝皮部^[1] 结果相一致。同时, 这也为感官鉴别桂枝饮片质量提供了参考。

3.4 工艺改进

前期预实验中随机选取了 GZ-08 样品, 严格按照《中药饮片标准汤剂研究策略》给定的工艺参数, 采取回流提取, 不单独提取挥发油, 分别制备浓缩前和浓缩后的样品, 发现浓缩后桂皮醛的转移率偏低, 为 10.4%; 而浓缩前转移率为 46.2%。从中可以推断, 浓缩过程显著的影响桂皮醛的含量。为解决浓缩后转移率偏低问题, 经查文献^[2-4], 发现以桂皮醛为指标成分含量测定时, 桂枝的提取大多是用挥发油提取器提取或水蒸气蒸馏的方法。因考虑到水蒸气蒸馏同时会带有大量的水, 后期可能还是面临浓缩过程。因此, 选择了挥发油提取器提取的方法。桂枝挥发油是重油, 因此采用重油挥发提取器

按照标准汤剂工艺参数提取。将所得的汤剂浓缩至适量,兑入提取出的挥发油。通过提取挥发油后兑入的方法,桂皮醛的转移率与浓缩前相当。有文献报道^[13] 桂枝配方颗粒的研究也需要单独提取出挥发油,将提取出的挥发油经过 β -环糊精包合后,然后浓缩、干燥、制粒。因此,对于检测指标为挥发性成分且含有挥发油的,应针对品种特性,重视挥发油的提取。对于一煎提取时间的确定,依据文献^[16] 确定为 2 h,加 8 倍水量,每 100 g 饮片可提出 0.69 mL 挥发油。对于二煎提取时间的确定,考察了 20, 30, 60 min 挥发油的体积,结果 30 min 较为合适。因此,确定一煎为 2 h,二煎为 30 min。

3.5 出膏率问题

出膏率是指固体物得率,一般方法为取适量溶液,105℃烘 3 h,置干燥器冷却 30 min,称定质量。而对于桂枝饮片,为快速简便,仍可以采用这种方法。因为桂枝饮片提取的挥发油量,对出膏率的结果几乎没有影响。但是,对于含挥发油多的饮片,必须把溶液和挥发油分开,建议做法为取适量溶液(未兑入挥发油),105℃烘 3 h,置干燥器冷却 30 min,加入挥发油,称定质量。这样就可以避免干燥过程中挥发油损失而造成出膏率结果不恰当的问题。

3.6 桂枝饮片标准汤剂的应用

为满足现代人生活方便、快捷的需求,中药饮片出现了多种创新形式,如超微颗粒、破壁饮片、配方颗粒。这些新型饮片形态上失去了传统饮片的鉴别特征,内在质量又缺失统一的评价标准,不利于市场监管和流通。中药饮片标准汤剂正是为了解决上述问题应运而生,它从定量和定性 2 个方面共同把控包括配方颗粒在内的新型用药形式质量。定量指标包括转移率范围、出膏率范围、pH 范围,它能为内在质量评价提供合理的参照数值;定性指标为饮片标准汤剂特征图谱,它能从谱图信息上弥补对传统饮

片的鉴别。因此,定量和定性指标之间是相辅相成,共同构成了一个完整的质量标准评价体系。本文对桂枝饮片标准汤剂也着重从定量和定性两方面加以研究,建立了一套完整的桂枝饮片标准汤剂质量评价体系。因此,它对桂枝配方颗粒在内的新型饮片形式具有标准参照的作用。

参考文献

- [1] 陈士林,刘安,李琦,等. 中药饮片标准汤剂研究策略[J]. 中国中药杂志,2016,41(8):1367.
- [2] 李睿,翟华强,田伟兰,等. 中药煮散的历史渊源及其现代配方颗粒的对比性分析[J]. 中国中药杂志,2016,41(6):965.
- [3] 中国药典. 一部[S]. 2015:276.
- [4] 许源,宿树兰,王团结,等. 桂枝的化学成分和药理活性研究进展[J]. 中草药,2013,36(4):674.
- [5] 李琦,章军,崔文金,等. 黄芩饮片标准汤剂的制备和质量标准评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(4):36.
- [6] 林伟雄,乐智勇,车海燕,等. 甘草饮片标准汤剂的研究[J]. 中国中药杂志,2017,42(3):6.
- [7] 朱广伟,李西文,陈士林. 白芍饮片标准汤剂质量标准研究[J]. 世界中医药,2016,11(5):753.
- [8] 张鹏,邬兰,李西文,等. 人参饮片标准汤剂的评价及应用探讨[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(11):1.
- [9] 董青,赵嵘,代云桃,等. 红花标准汤剂的质量评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):12.
- [10] 孙莹莹,郭涛,李西文,等. 葛根饮片标准汤剂的研究[J]. 世界中医药,2016,11(8):1586.
- [11] 林佳,徐丽珍,刘江云,等. 桂枝中桂皮醛、肉桂酸的含量与分布研究[J]. 中国药理学杂志,2005,40(23):1784.
- [12] 路丽,关琴笑,赵路,等. 桂枝茯苓复方中桂枝挥发油提取及其包合工艺研究[J]. 亚太传统医药,2015,11(1):20.
- [13] 薛丹,倪健,尹兴斌,等. 桂枝、干姜、肉桂、辛夷混合挥发油提取及包合工艺研究[J]. 中国中医药信息杂志,2016,23(3):70.
- [14] 万里江,范正达,唐风雷,等. 桂枝挥发油的提取及抗菌试验的考察[J]. 海峡药学,2008,20(12):32.
- [15] 刘勇,陈娟,戚欢阳,等. 桂枝配方颗粒提取制备工艺及其鉴别的研究[J]. 中草药,2009,40(增刊):149.
- [16] 李碧渊,吴鑫,曹岗. 正交实验优选桂枝和肉桂配伍后挥发油的最佳提取工艺[J]. 中国中医药科技,2015,22(5):520.

责任编辑 孔晶晶