萸黄连不同炮制方法对其小檗碱含量的影响

徐运安[1],徐爱良[2],蒋孟良[2],陈卫红[3],谢 玲[2]

(1.湘潭市第二人民医院,湖南 湘潭 411100;2.湖南中医学院,湖南 长沙 410007;
3.湖南中医学院第二附属医院,湖南 长沙 410005)

摘要:目的 探讨不同炮制方法对萸黄连中小檗碱含量的影响。**方法** 采用薄层扫描法测定 4 种炮制品中小檗碱的含量,以小檗碱的含量高低来评价炮制方法的优劣。**结果** 以微波法炮制出的萸黄连中小檗碱含量最高。**结论** 用微波法炮制萸黄连最好。

关键词:萸黄连;中药炮制;小檗碱;含量测定

中图分类号:R283.1　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1005-5304(2005)04-0055-02

The Effects of Preparing Procedure for Crude Herbs on the Berberine Content in Yuhuanglian

XU Yun-an[1], XU Ai-liang[2], JIANG Meng-liang[2], et al *(1.The Second People's Hospital of Xiangtan, Xiangtan 411100, China; 2.Hunan College of TCM, Changsha 410007, China)*

Abstract: Objective To investigate the effects of preparing procedure for the crude herbs on the berberine content of Yuhuanglian. **Methods** TLC was taken to determine the content of berberine in 4 kinds of Yuhuanglian sample prepared with different procedures. The content of berberine was taken as the standard for the evaluation on the superiority of preparing procedures. **Results** The berberine content was the highest in the Yuhuanglian sample prepared by the procedure with microwaves. **Conclusion** The preparing procedure with microwaves is the best way to prepare the crude Yuhuanglian.

Key words: Yuhuanglian; preparing procedure; berberine; content determination

黄连始载于《神农本草经》,列为上品;具有清热燥湿、泻火解毒之功效[1]。黄连的炮制方法很多,常见的有酒炙、姜汁炙、吴茱萸汁炙;用吴茱萸汁炮制黄连的方法又有加吴茱萸汁拌炒、加吴茱萸汁拌烘、加吴茱萸汁煮。随着新设备的出现及新技术的应用,又出现了微波法。笔者以小檗碱含量为指标,比较了炙法、煮法、烘法、微波法 4 种不同炮制方法的优劣。现报道如下。

1　实验材料

1.1　仪器

双波长薄层扫描分析仪:CS-930 型(日本 Shimadzu);电子分析天平:AR1140 型(奥豪撕国际贸易上海有限公司);电热恒温水浴锅:DK-S22 型(上海精宏实验设备有限公司);电热鼓风干燥箱:CS101-2AB 型(重庆试验设备厂);微量进样器:10 μL(上海注射器三厂)。

1.2　药品与试剂

黄连购于湖南中医学院第二附属医院,经蒋孟良教授鉴定为毛茛科植物黄连 Coptis chinensis Franch 的干燥根茎;吴茱萸购于湖南中医学院杏林药店,经鉴定为芸香科植物吴茱萸 Evodia rutaecarpa (Juss.) Benth.的干燥近成熟果实。盐酸小檗碱购于中国药品生物制品检定所。其它化学试剂均为分析纯。

2　方法与结果

2.1　吴茱萸汁的制备

称取吴茱萸 20 g,加 160 mL 水浸泡 1 h,煮沸 40 min,滤过,药渣再加 140 mL 水煮沸 30 min,滤过。合并滤液,水浴上浓缩至 100 mL,备用。1 mL 吴茱萸汁相当于 0.2 g 吴茱萸。

2.2　4 种炮制品的炮制

2.2.1　炙法　称取黄连饮片 20 g,加 10 mL 吴茱萸汁,拌匀,润透,置锅内,文火炒干[2](用迅达牌燃气灶,2 圈火苗,火苗长度 5～10 mm,时间 3 min)。

2.2.2　煮法　称取黄连饮片 20 g,加未浓缩的吴茱萸汁 16 mL(相当 2 g 吴茱萸)、水 10 mL,拌匀,置锅内,用文火煮干[3]。

2.2.3　烘法　称取黄连饮片 20 g,加 10 mL 吴茱萸汁,拌匀,润透,置电热鼓风干燥箱中(75～80 ℃)烘干[4]。

2.2.4　微波法　称取黄连饮片 20 g,加 10 mL 吴茱萸汁,拌匀,润透,置格兰氏微波炉中(80%的微波)加热 3 min。

以上吴茱萸的用量均为黄连重量的 10%。

2.3　供试品溶液的制备

2.3.1　标准品溶液的制备　精密称取盐酸小檗碱 5.12 mg,置 5 mL 容量瓶中,加甲醇溶解至刻度,摇匀备用(浓度为

佳条件,即样品药材中加入 30 倍量的水,煎煮 3 次,每次 2 h,测得没食子酸含量可达 0.138%。

参考文献:

[1] 黄泰康.常用中药成分与药理手册[M].北京:中国医药科技出版社,1994.803－805.

[2] 李荣芷,何云庆,刘 虎,等.地锦草化学成分的研究.北京医学院学报,1983,15(增刊):72－74.

(收稿日期:2004-06-29)

1.024 mg/mL)。

2.3.2 4种样品供试液的制备 分别将以上4种炮制品粉碎,过20目筛,各取约0.4 g,精密称定,加盐酸-甲醇(1∶100)60 mL,置索氏提取器中,水浴上提取至提取液无色,提取液用50 mL容量瓶定容备用。

2.4 含量测定

2.4.1 测定波长的选定 精密吸取标准品溶液及4个样品供试液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-乙酸乙酯-甲醇-水(10∶1∶1∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,在200～500 nm范围内进行光谱扫描。结果最大吸收峰为352 nm,最小吸收峰为412 nm。

2.4.2 扫描条件 双波长反射法锯齿扫描,λ_S=352 nm,λ_R=412 nm;SX=3,狭缝:1.25 mm×1.25 mm;扫描速度:10 mm/min。外标两点法计算含量。

2.4.3 标准曲线的绘制 精密吸取标准品溶液2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 μL,分别点于同一薄层板上,同前法展开、扫描测定。以小檗碱含量为自变量,峰面积积分值为因变量,进行回归处理,得回归方程:Y=752.529X-723.271,r=0.9970。

2.4.4 4种炮制品中小檗碱含量的测定 精密吸取小檗碱标准品溶液2、6 μL和4种炮制品供试液各10 μL,分别点于同一薄层板上,同前法展开、扫描测定,用外标两点法计算含量(见表1)。

2.4.5 4种炮制品的水分测定 按《中国药典》方法测定水分[2],小檗碱含量按去水分后的干品计算,并以生品小檗碱含量为100%计算其他炮制品的损失率。结果见表1。

表1 4种炮制品中小檗碱含量测定结果

样品	取样量 (g)	含水量 (%)	峰面积	小檗碱含量 (μg)	损失率 (%)
煮法	0.8024	7.593	5003.89	3.479	14.38
烘法	0.8121	7.594	5298.32	3.674	10.05
炙法	0.8370	7.739	5178.39	3.475	14.91
微波法	0.8026	7.941	5469.63	3.836	6.07
生品	0.8242	8.403	5945.85	4.084	

3 讨论

实验结果表明,黄连的炮制以微波法为佳,既达到了降低部分小檗碱含量,从而达到降低黄连过寒之性的不良反应,又不使黄连中小檗碱含量太低而影响疗效。吴茱萸制黄连可抑制其苦寒之性,使黄连寒而不滞,清气分湿热,散肝胆郁火。

4种不同炮制方法所得样品中小檗碱含量的顺序为:微波法>烘法>煮法>炙法;其所炮制出的成品中小檗碱含量较生品均有所降低,以微波法降低最少,其中煮法、炙法已降到《中国药典》要求小檗碱含量限度3.6%以下。煮法降低小檗碱含量可能是由于在煮制过程中,黄连中小檗碱与吴茱萸中有机酸、黄酮反应生成难溶性盐,从而使小檗碱煎出减少所致[5-6]。炙法降低最多,这可能是由于在加热炒制过程中部分小檗碱分解生成小檗红碱所致;另外,部分溶出的小檗碱粘附于锅底导致损失而致。烘法从外部加热,时间长、温度高、效率低,故小檗碱损失也比较多。而微波法由于电场的改变,使极性水分子旋转,从内部发热,水分气化向外蒸发,其温度低、时间短、效率高、有效成分破坏少。

用微波法炮制黄连的最佳工艺条件的正交设计实验有待进一步研究。

参考文献:

[1] 雷载权.中药学[M].北京:人民卫生出版社,2001.316.

[2] 中华人民共和国药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[S].北京:化学工业出版社,2000.200.

[3] 赵法新,庞长留,李思三.张海岑研究员炮制吴茱萸经验[J].中医研究,1996,9(3):46.

[4] 叶玉兰,赵萍萍,罗泽澜.黄连及其炮制品中5种生物碱的含量测定[J].中成药,1996,18(3):17.

[5] 王浴铭,张君增,朱凤云,等.黄连配伍吴茱萸对黄连中主要化学成分的影响[J].中国中药杂志,1994,19(2):118.

[6] 李汝惠,王昌琼,龚 萍.黄连炮制前后化学成分和生物碱含量对比研究[J].中国中药杂志,1990,15(11):23.

(收稿日期:2004-08-22)

我国将构建现代中药质谱分析平台

中国科学院知识创新工程重要方向性项目——基于现代理论和技术的复方中药系统研究近期正式启动,其中由长春应用化学所承担的“中药标准组分、活性筛选及炮制、配伍研究的质谱分析平台”子项目研究已进入实质性阶段。该所将用3年的时间完成现代中药质谱分析平台的构建工作。

该项目以促进我国现代中药产业化,特别是振兴东北老工业基地为基点,紧密联系我国中药研发的实际,瞄准国际天然药物的大市场,高起点地开展现代中药的研究工作。拟利用3年的时间阐明炮制、配伍前后化学成分的变化规律;揭示传统药材炮制、典型药对配伍的科学内涵;解决中药标准组分、中药炮制品的质量控制问题等。在此基础上建立起灵敏、快捷、准确的现代中药质谱分析平台;结合化学计量学方法,完成20味中药材、30余种炮制品及20个典型药的质谱指纹图谱表征,建立相应的化学成分库及规范化的中药炮制品的质量标准。建立皂苷、生物碱、黄酮、蒽醌、有机酸、内酯、挥发油等类成分的质谱分析方法,完成中药标准组分和功能组分的质谱指纹图谱表征。并以质谱技术为基础,建立中药活性成分和生物靶分子相互作用的药物筛选平台。

长春应用化学所在中医药研发方面具有较强的实力,目前,他们已建成国家中医药化学三级实验室及长春质谱中心等。目前该项目已取得一些满意的阶段性效果。

(本刊通讯员)