

酯的占 53.3%,穿心莲内酯含量低于脱水穿心莲内酯的占 26.7%,两者含量差异在±10%以内的占 20.0%。药理研究表明穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯都有一定的抑菌、抗炎作用<sup>[3,4]</sup>,因而以两者的总量作为衡量穿心莲药材质量优劣的指标更为合理。

3.2 穿心莲药材的性状与其有效成分的含量有着直接联系,本次收集的样品中,大部分药材均呈墨绿

色,而叶和枝、梗均呈枯黄色的药材,其穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯含量均偏低。

#### 参考文献

- 1 中国人民解放军广州军区药训队. 中草药通讯, 1974, 5(1): 43
- 2 中华人民共和国药典. 广州: 广东科技出版社, 1995: 237
- 3 邓文龙,等. 药学通报, 1982, 17(4): 3
- 5 孟正木,等. 中草药通讯, 1979, 10(7): 6

(1999-03-22收稿)

## HPLC法比较不同工艺制备的黄连解毒汤及日本汉方黄连解毒汤中的生物碱含量

沈阳药科大学中药系(110015) 沈嘉\* 孙春梅\*\* 徐荣源\*\*  
沈阳大学师范学院化学系 王颖

**摘要** 用 HPLC法测定 4种不同工艺制备的黄连解毒汤提取物粉末及 2种日本汉方颗粒剂黄连解毒汤中的小檗碱和巴马汀含量。结果表明此方法简便、快速、精密度高、回收率较好。采用此法比较了上述 6种黄连解毒汤的生物碱含量。结果是新工艺制备的提取物中生物碱含量最高,其中小檗碱含量分别是东洋、津村黄连解毒汤的 6倍和 13.8倍,是传统水煎提取物的 3倍。

**关键词** 小檗碱 巴马汀 黄连解毒汤汉方制剂

### Determination of Berberine and Palmatine in Chinese Decoction of Compounded Coptis in Comparison with Japanese Kampo "Oren-gedoku-to" by HPLC

Department of Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University (Shenyang 110015) Shen Jia, Sun Chunmei and Xu Rongyuan

Department of Chemistry, Normal College of Shenyang University Wang Ying

**Abstract** Contents of berberine and palmatine in four powdery preparations from "Antidotal Decoction of Compounded Coptis" and two granular Japanese Kampo "Oren-gedoku-to" were determined by HPLC. Results showed that powdery preparation obtained by the new production process showed a higher content of the two alkaloids than the two Japanese Kampo 6~13.8 times and about 3 times of the products obtained from the traditional water decoction process. The HPLC determination was shown to be simple, rapid, with high precision and satisfactory recovery.

**Key words** berberine palmatine "Oren-gedoku-to" Japanese Kampo medicine

黄连解毒汤(以下简称 HLJDT)原载于唐·《外台秘要》,由黄连、黄芩、黄柏和栀子组成,为清热解毒的代表方。近年来被用于高血压、中风后遗症、老年痴呆症。前文报道不同工艺制备的 HLJDT提取物与日本汉方制剂中黄芩苷与栀子苷含量进行比较研究<sup>[1~3]</sup>。本文报道生物碱测定结果

#### 1 仪器与色谱条件

LC-10AT液相色谱仪(日本岛津), SPD-10AV紫外可见检测器, C-R6A 数据处理机; CX-25 超声清洗器;分离柱: Kromasil C-18(5 $\mu$ m, 150 mm $\times$  4.60 mm id);前置柱 YWG C<sub>8</sub>(10 mm $\times$  4.60 mm id);流动相: 乙腈水(30:70),含 20 mmol/L KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>,流速: 1 mL/min;柱室室温;检测波长: 346 nm<sup>[4]</sup>。

\* Address: Shen Jia, Department of Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang

沈嘉女, 1982年毕业于沈阳药学院, 学士, 高级工程师。从事药用植物及复方中药有效成分富集提取及活性测定工作。1991年~1993年在瑞典 Uppsala 大学生物医学中心进行药用植物中血小板活化因子(PAF)拮抗剂、5-脂氧合酶、环氧合酶抑制剂的体外筛选工作, 参加银杏标准提取物研究工作。1996年 8月~1997年 3月应日本岛根医科大学邀请, 参加文部省课题, 进行复方中药中抗炎及免疫调节成分研究等。在国内外刊物上发表论文近 20篇。“无糖富集有效成分提取物及其制品”获国家发明专利。

\*\* 本校 62期毕业实习生

## 2 药品、样品及试剂

小檗碱 巴马亭对照品(中国药品生物制品检定所);实验用水为重蒸馏水,乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯 4味中药为市售,4种自制黄连解毒汤固体样品及 2种日本市售汉方黄连解毒汤颗粒剂的处方、制法或来源见表 1

表 1 黄连解毒汤样品及制剂

样 品	处 方				处 方 中		来 源
	黄 连	黄 芩	黄 柏	栀 子	黄连含量 (%)	黄柏含量 (%)	
新工艺	9	6	6	9	30	20	新工艺(合提)
四 味	9	6	6	9	30	20	单提合并(单提)
水 煎	9	6	6	9	30	20	传统水煎(合提)
醇 提	9	6	6	9	30	20	60%乙醇回流(合提)
东 洋	2	3	2	2	22.2	22.2	日本市售
津 村	2	3	1.5	2	23.2	17.6	日本市售

## 3 线性及精密度测定

3.1 照前文配制巴马亭 2.208 $\mu$ g/mL的甲醇对照品溶液。分别精密量取 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 10 $\mu$ L依次进样,测定峰面积,得回归方程(表 2)

表 2 生物碱定量曲线

	线性范围 ( $\mu$ g)	回归方程	r	n
巴马亭	1.104 $\times 10^{-3}$ ~ 2.208 $\times 10^{-2}$	$Y = 3.59 \times 10^6 X + 1.48 \times 10^3$	0.999 6	3
小檗碱	4.85 $\times 10^{-3}$ ~ 7.76 $\times 10^{-2}$	$Y = 3.72 \times 10^6 X + 3.19 \times 10^2$	0.999 6	3

## 5 样品测定

黄连 黄柏生药:分别取样品粉末(过 40目筛)约 20 mg,置三角烧瓶中,同 4项自“加分析纯甲醇约 30 mL……”起,至“… ,测定含量”。

含生物碱各样品:分别称取相当黄连生药约 20 mg的样品,操作同生药测定,含量测定结果见表 3测得图谱见图 1

## 6 讨论

6.1 实验样品中生物碱含量次序为:新工艺>四味>醇提>水煎>东洋>津村。新工艺制备的提取物中生物碱含量最高,其小檗碱含量是水煎提取物的 3倍,分别是东洋和津村的 6倍和 13.8倍。新工艺制备的提取物干粉量少,物理性状好,利于减小剂量制成固体制剂

6.2 初步药理试验结果证明新工艺 HLJDT药理活性高于水煎和东洋,可考虑的因素是生物碱是重要活性成分之一,而新工艺提取物的生物碱含量大大高于水煎和东洋。

6.3 相同处方、原料以 4个不同工艺制备的提取物的生物碱提出率结果见表 4,其提出率次序如下:新

工艺>四味>醇提>水煎。新工艺提生物碱的提出率最高,水煎的提出率最低,还不及生药中含量的一半。现有的试验结果还表明本次试验的 6个复方样品中水煎、东洋、津村 3个样品的生物碱回收率都偏低;东洋、津村黄连解毒汤的提取方式也是水煎,故可以考虑在黄连解毒汤这 4味中药水煎合提时可能有些成分与生物碱形成沉淀或吸附而使提取物的生物碱提出率偏低。

另取对照品溶液,分别进样 2, 6, 10 $\mu$ L,各重复进样 6次,测定相应峰面积,其 RSD(%)分别为 0.042, 0.0167, 0.010

## 4 加样回收实验

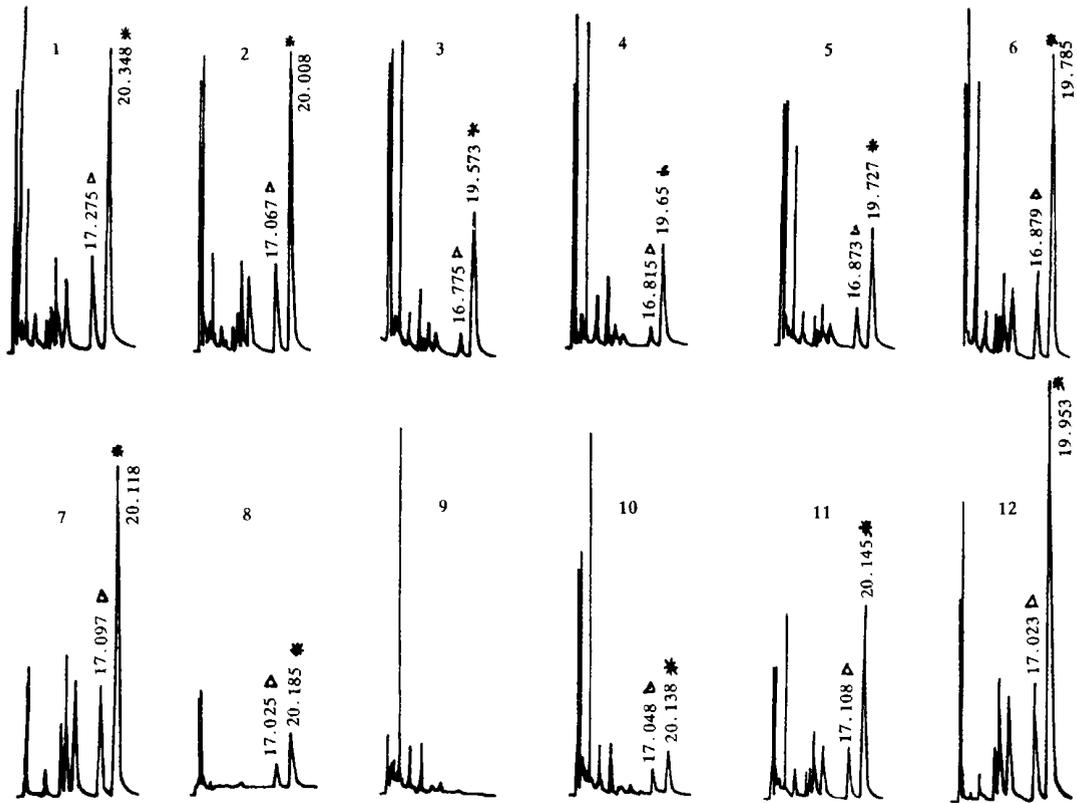
3.2 同上述方法制得浓度为 9.7 $\mu$ g/mL的小檗碱对照品溶液 同上述方法得回归方程 同上述方法求得小檗碱含量测定的 RSD(%)分别为 0.034 1, 0.014 3, 0.023 1

精密称取上述供试品粉末适量(相于于黄连生药约 20 mg),分别加入精密称取的生物碱对照品约 1 mg,置三角烧瓶中,加分析纯甲醇 30 mL,超声提取 30 min<sup>[5]</sup>,滤入 50 mL量瓶(生药黄柏取约 20 mg,超声前室温浸泡 3 h<sup>[6]</sup>) 以分析纯甲醇洗涤三角烧瓶及滤渣一并滤入量瓶中,定容至刻度,适当精确稀释,用 0.45 $\mu$ m滤膜过滤得供试液,精密进样 5 $\mu$ L测定含量。另平行制备同量供试品,不加生物碱对照品,同法操作,测定含量。二者含量之差,换算成测得量,与实验加入量相比较,即得回收率,结果见表 3

表 3 各样品生物碱含量测定结果(n= 3)

样 品	巴 马 亭			小 檗 碱		
	含量 (mg/g)	RSD (%)	加样回 收率 (%)	含量 (mg/g)	RSD (%)	加样回 收率 (%)
黄 连	18.2	2.11	96.9	74.7	0.01	103.8
黄 柏	4.74	4.87	94.3	13.3	6.52	84.5
新工艺	22.2	4.58	98.2	81.6	6.42	89.1
水 煎	7.73	4.29	-	26.9	0.989	91.2
四 味	21.5	-	107.9	77.9	-	105.4
醇 提	14.1	2.51	100.2	53.6	1.42	92.0
东 洋	1.61	6.20	83.0	13.6	2.25	96.7
津 村	0.633	1.27	83.5	5.91	1.03	-

6.4 实验结果证明上述 4个工艺对巴马亭的提出



1-新工艺 2-单味药提取后合并 3-东洋 4-津村 5-水煎提取 6-60%乙醇提取 7-黄连生药  
8-黄柏生药 9-缺黄连、黄柏阴性对照 10-黄连解毒汤缺黄连 11-黄连解毒汤缺黄柏 12-黄连、黄柏合提  
图 1 黄连解毒汤生物碱提取物及日本汉方制剂色谱图 (\* 为小檗碱, △ 为巴马亭)

表 4 不同工艺对黄连解毒汤干粉的收率及生物碱提出率的影响 (n=3)

工 艺	处方中每 1.5 g 黄 连和 1 g 黄柏可 提出的生物碱			处方中中药黄连、黄 柏中的生物碱提 出率	
	收 率 (%)	(mg)*		巴 马 亭 (%)**	小 檗 碱 (%)**
		巴 马 亭	小 檗 碱		
新 工 艺	22.2	24.6	90.6	76.9	72.2
四 味	21.6	23.2	84.1	72.5	67.1
水 煎	28.8	11.1	38.7	34.7	30.9
醇 提	31.4	22.1	84.2	69.1	67.1
黄 连	-	-	-	100	100
黄 柏	-	-	-	100	100
黄 连 加 黄 柏	-	32.0	125.4	-	-

\* 处方中黄连-黄柏 = 1.5: 1 \*\* 以生药提出率为 100% 计。

率全高于小檗碱 HLJDT 已测定的 4 个有效成分的提出率次序为 栀子苷 > 巴马亭 > 小檗碱 > 黄芩苷<sup>[3]</sup>。

致谢: 本实验所用日本汉方制剂东洋黄连解毒汤、津村黄连解毒汤为日本的阿部胜利及李颂华医生惠赠。

参 考 文 献

- 1 崔存利,等. 国外医药 中医中药分册, 1992, 14(5): 1
- 2 沈 嘉,等. 中草药, 1999, 30(2): 102
- 3 沈 嘉,等. 中草药, 1999, 21(10): 502
- 4 周元瑶,等. 药学报, 1988, 23(12): 938
- 5 闻 毓,等. 中国药科大学学报, 1995, 26(3): 170
- 6 彭艳梅,等. 中草药, 1997, 28(10): 599

(1999-07-12 收稿)

2000年《中文科技资料目录·中草药》征订启事

本刊 2000年改为大 16开本, 每期 152页, 报道条目增加至每期 2 200~ 2 300条, 每期定价 25元, 全年出版 4期及年度主题索引, 全年订费共 125元 (包括邮费), 本刊尚有少量 1993~ 1997年各年度精装合订本, 每本售价 70元, 1998年合订本售价 100元, 编辑部自办发行, 欢迎订阅。 银行信汇、 邮局汇款均可。

编辑部地址: 天津市南开区鞍山西道 308号

邮政编码: 300193 电话 022- 27381328 开户银行: 天津市工商银行南门外分理处

银行帐号: 701088089632 国家医药管理局天津药物研究院