

# 高效液相色谱法对黄柏炮制品的研究

北京中医学院中药系(100029) 王静竹\* 陈定一 苏英英

**摘要** 利用高效液相色谱法对4种黄柏炮制品中盐酸小檗碱的含量进行了比较研究。结果表明,与生黄柏比较,盐黄柏和酒黄柏的盐酸小檗碱含量变化不大,而黄柏炭中小檗碱的含量损失殆尽。此方法的精密度和回收率均达到定量分析标准。

**关键词** 高效液相色谱法 黄柏炮制品 盐酸小檗碱

黄柏为芸香科植物黄檗 *Phellodendron amurense* Rupr 和黄皮树 *P. chinense* Schneid 除去栓皮后的干燥树皮。具有清热燥湿、泻火除蒸、解毒疗疮的功效<sup>[1]</sup>。临床上常用的炮制品为生黄柏、酒黄柏、盐黄柏、黄柏炭。黄柏中小檗碱为主要的有效成分<sup>[2]</sup>。对于黄柏炮制品的研究,目前仅见用薄层层析和紫外吸收光度法测定的报道<sup>[3]</sup>,测定过程繁琐且准确性差。本文采用反相高效液相法对生黄柏、盐黄柏、酒黄柏、黄柏炭中盐酸小檗碱的含量进行了比较研究,以探讨经典炮制方法对小檗碱含量的影响。该方法快速、灵敏、准确。

## 1 仪器、药品

标准品:盐酸小檗碱(购自中国药品生物制品检定所)。

样品:生黄柏为市售黄柏饮片,其炮制品按药典规定自行炮制。

试剂:为色谱纯、分析纯,水为超纯水。

仪器:Waters-510型高效液相色谱仪,490E多功能紫外检测器,745型数据处理机。

## 2 实验方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:DELTA PAK-C<sub>18</sub>(3.9×300mm)分析柱,柱温:室温;流动相:甲醇-乙腈-0.02mol/L磷酸水溶液(10:28:62),流速:1ml/min;检测波长:346nm,灵敏度:0.1AUFS,记录仪纸速:0.25cm/min。

2.2 标准曲线的制备:精密称取盐酸小檗碱标准品1.3mg,以95%乙醇溶解,并定容至10ml。以0.45μm的超滤膜过滤后,分别取2、4、8、10、12μl的标准溶液进样。每个体积进样3次,取平均值。以峰面积积分值为纵坐标,进样量(μg)为横坐标进行线性回归,得到一条线性良好的直线。标准品色谱图见图。

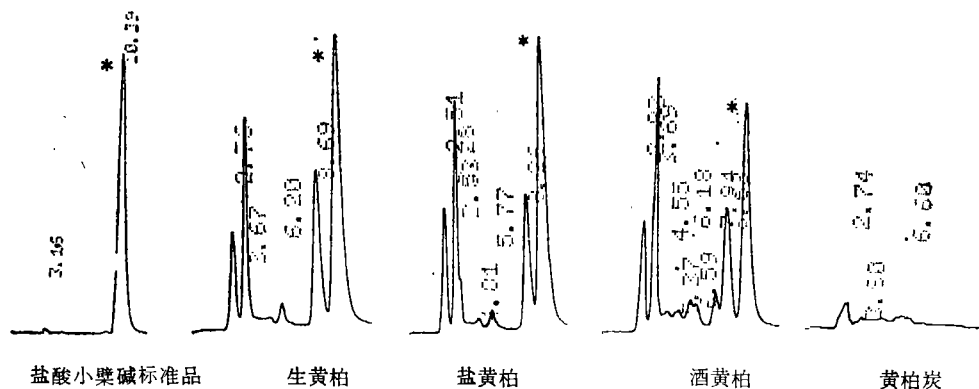


图 样品色谱图

\*为盐酸小檗碱色谱峰

\*Address: Wang Jingzhu, Beijing College of Traditional Chinese Medicine, Beijing

回归方程:  $Y = 81344.6 + 697640.66X$ ,  $r = 0.9997$ 。

2.3 样品测定:精密称取干燥至恒重的样品(20目),置索氏提取器中,以95%乙醇提取至无色时,回收溶剂,定容至10ml容量瓶中,0.45 $\mu$ m超滤膜过滤,进样8 $\mu$ l。每个样品进样3次,取平均值,结果见表,样品色谱图见图。

2.4 精密度测定:精密称取干燥至恒重的生黄柏5份,提取及测定方法同样品测定项下操作,结果平均含量1.100%,变异系数0.56%。

2.5 回收率实验:精密称取干燥至恒重的生黄柏5份,每份中加入一定量的盐酸小檗碱标准

表 样品测定

|         | 生黄柏   | 盐黄柏  | 酒黄柏   | 黄柏炭   |
|---------|-------|------|-------|-------|
| 样品重(mg) | 100.4 | 9.99 | 100.5 | 100.4 |
| 含量(%)   | 1.10  | 1.16 | 0.805 | 0.00  |

品,分别以95%乙醇用索氏提取器提取,至无色时,回收溶剂,定容至25ml的容量瓶中。以0.45 $\mu$ m的超滤膜过滤,进样8 $\mu$ l,每份样品进样3次。结果回收率为102.7%,变异系数0.69%。

### 3 讨论

3.1 本文选用高效液相色谱法测定盐酸小檗碱的含量,其回收率为102.7%,变异系数为0.69%,在精密度实验中,变异系数为0.56%。该方法具有分析速度快、进样量少、准确度、灵敏度高优点,因此用于黄柏不同炮制品中盐酸小檗碱的含量测定较其它方法更具优越性。

3.2 从本实验的分析结果可以看出,炮制方法不同,对黄柏中化学成分的影响也不同。盐黄柏和酒黄柏在炮制过程中,受热时间较短,盐酸小檗碱又较稳定,与生黄柏相比其含量变化不大,基本上没有被破坏。黄柏炭经过高温处理,小檗碱损失殆尽。

3.3 从药材的炮制作用看,生黄柏苦燥,清热燥湿作用较强,盐炙后可缓和苦燥之性,不伤脾胃,借盐入肾之功用而增强泻相火之力,酒炒黄柏借酒的升发之性治上焦之湿热,且能入血分,治血分之病。与生黄柏比较,盐黄柏中盐酸小檗碱的含量稍有下降。由此可见这2种炮制方法的主要作用是借助了辅料的作用,以辅料来改变药性或作用方向,因此在炮制过程中应尽量使辅料进入药物中,且温度不宜高,时间不宜长,以避免辅料蒸发或快速析出而达不到炮制的作用。黄柏炒炭后,大部分成分被破坏,仅残留很少成分,因此苦寒之性大减,收涩之性增加,这与临床上用于治疗崩漏止血而不用于治疗痢疾是吻合的。

3.4 黄柏炮制品中其它活性成分的研究还有待于进一步深入。

### 参 考 文 献

- 1 中华人民共和国药典。一部。1990。257
- 2 北京中医学院。中药炮制学。1988。264

- 8 赫书文。中药通报,1988,13(10):27  
(1993-07-08收稿)

### 安徽省高校科技函授部中医函授大专班面向全国招生

本部经安徽省教委批准面向全国招生。选用《全国高等中医院校函授教材》,开设12门中医课程,与高等教育中医自学考试紧相配合,由专家教授全面辅导和教学。凡具有高中语文程度者均可报名,附邮3元至合肥市望江西路6-008信箱中医函大,邮编230022,简章备案。

# ABSTRACTS OF ORIGINAL ARTICLES

## Studies on the Chemical Constituents of Libanjisheng

( *Helixanthera parasitica* )

Li Liangqiong, Li Meirong , Feng Wentao

Four compounds were isolated from the leaves of *Helixanthera parasitica*. They were identified as ethyl gallate ( I ), gallic acid ( II ), quercitrin ( III ) and 5,7,3',4'-tetrahydroxyflavan ( IV ) on the basis of chemical properties and spectral data. Compound IV is a new flavan.

( Original article on page 283 )

## Studies on the Chemical Constituents of Wangzaozi

( *Rabdosia amethystoides* )

Wang Xianrong, Wang Hongping , Li Youwen

Three compounds were isolated from the leaves of *Rabdosia amethystoides* ( Benth ) C.Y. Wu et Hsuan. They were identified as rabdosinaiol ( I ), oleanolic acid ( II ),  $\beta$ -sitosterol ( III ) on the basis of chemical reactions and spectral data. Compounds I and II were isolated for the first time from this plant.

( Original article on page 285 )

## Determination of Berberine in Processed Amur Corktree

( *Phellodendron amurense* ) by HPLC

Wang Jingzhu, Chen Dingyi , Su Yingying

A HPLC method for the determination of berberine<sup>+</sup> in *Phellodendron amurense* processed by four different procedures has been established. The method is simple, specific and accurate. The recovery is 102.7% and coefficient of variation is 0.69%.

( Original article on page 293 )

## UV Second Derivative Spectrophotometric Determination of Synthetic Decanoyl Acetaldehyde in Compounded

Chinese Medicinal Prescriptions

Jiang Xinmin, Yan Zhengyu , Yan Xueqin

UV second derivative spectrophotometry was used for the analysis of compounded Chinese medicinal prescription in order to eliminate interference from prescription base. Amplitude D and  $\Delta A$  were taken as the quantitative informations. Synthetic decanoyl acetaldehyde in compounded Chinese medicinal prescription were determined by two methods. The Correlation coefficients of the standard curve were found to be 0.9994 and 0.9996, the mean recovery to be 98.10% and 96.31%.

( Original article on page 296 )

## On the Quality of Danshen Injection and Compound Danshen Injection

Yuan Lu, Su Guilan , Hu Guanshi

Active constituents in Danshen and Compound Danshen injections were determined by UV