

- [1] Wang H, Luo S D, Cai H S. Progress in the pharmacological studies of tetrandrine [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2000, 35 (12): 800-802.
- [2] Li Q P, Lu Z A, Rao M R. Depressive effect on proliferation of vascular smooth muscle cells by tetrandrine in hypertensive

rats [J]. *Chin J Pharmacol Toxicol* (中国药理学与毒理学杂志), 2001, 15 (2): 145-149.

- [3] Li F Q, Lu B. Progress in the preparation studies of tetrandrine [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 30 (6): 475-477.

连翘不同炮制品中连翘苷的 HPLC 测定

张 涛, 陈学松

(梧州市食品药品检验所, 广西 梧州 543002)

连翘为木犀科植物连翘 *Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl 的干燥果实, 味苦, 性微寒, 归肺、心、小肠经, 具有清热解毒、消肿散结的功效。连翘苷是连翘的主要有效成分, 具有抗菌、抗病毒及强心, 抑制毛细血管通透性, 抗肝损伤等作用^[1]。连翘的传统炮制方法有浸泡、清炒、朱砂拌法等。本实验采用 HPLC 法测定连翘生品及不同炮制品中连翘苷的变化, 以探讨其炮制机制, 为保留其中医药特色提供参考与依据。

1 材料与仪器

连翘购于梧州市医药有限责任公司, 经桂林市药品检验所饶伟文主任中药师鉴定。连翘苷对照品(批号: 0821-200104)由中国药品生物制品检定所提供。乙腈、甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪, AND GR-202 电子天平, CQX25-06 超声波清洗器。

2 方法与结果

2.1 连翘炮制品的制备^[2]

2.1.1 药材的净选: 取连翘, 拣净杂质, 去心及柄, 即得去心品。取连翘, 拣净杂质, 去柄, 即得不去心品。取连翘的种子, 除去杂质, 即得连翘心。

2.1.2 浸泡品的制备: 取净连翘(去心品), 4 份, 每份 500 g, 分别在清水中淘洗 10、20、40、60 min, 沥干, 放置 3~4 h 色变深黄后, 于 50℃ 干燥 1 h, 取出, 分别得到浸泡品 I、II、III、IV。

2.1.3 炒制品的制备: 取净连翘(去心品) 500 g, 用文火炒至鼓起, 有爆裂声, 微黄至黄色, 有香气, 取出放凉, 即得炒黄品。取净连翘(去心品) 500 g, 在 120℃ 热锅内炒或用文火炒至微焦, 取出放凉, 即得炒焦品。取净连翘(去心品) 500 g, 在 120℃ 热锅内炒至七八成黑色, 取出放凉, 即得炒炭品。

2.1.4 朱砂拌品的制备: 取净连翘(去心品) 500 g, 3 份, 用清水喷潮, 润几分钟, 分别加入朱砂 6、12、18 g 拌匀, 依次得到朱砂拌品 I、II、III。

2.2 连翘苷的 HPLC 测定^[3]

2.2.1 色谱条件: 色谱柱 Bondapak C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (26:74); 体积流量: 1 mL/min; 检测波长: 277 nm。连翘苷色谱峰保留时间约为 11.2 min, 理论塔板数大于 3 000。

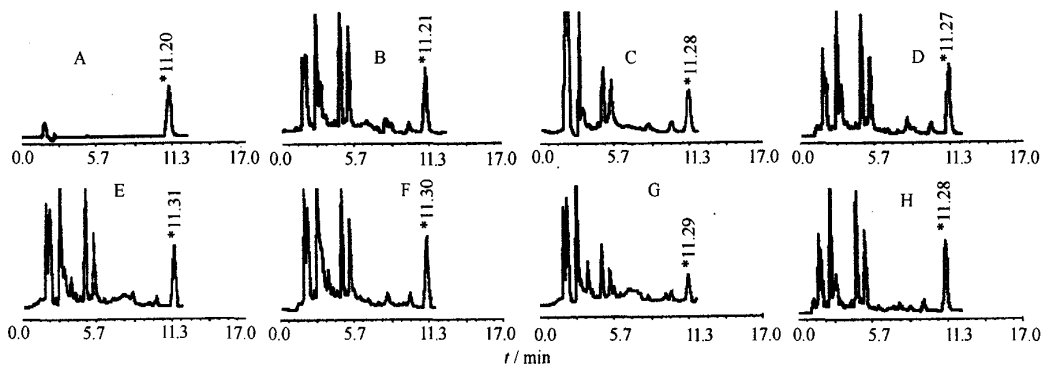
2.2.2 对照品溶液的制备: 精密称取连翘苷对照品 10.00 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 即得, 备用。

2.2.3 供试品溶液的制备: 精密称取生品及各炮制品粉末(过 2 号筛)约 1 g, 精密加入甲醇 15 mL, 密塞, 称定质量, 浸泡过夜, 超声处理 25 min, 放冷, 密塞, 用甲醇补足质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5 mL, 蒸至近干, 加中性氧化铝 0.5 g 拌匀, 加入中性氧化铝柱(100~120 目, 1 g, 内径 1~1.5 cm)上, 用 70% 乙醇 80 mL 洗脱, 收集洗脱液, 浓缩至干, 残渣用 50% 甲醇溶解后转移至 5 mL 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 滤膜滤过, 即得。

2.3 样品的测定结果: 分别取对照品溶液与供试品溶液进样, 按外标法进行测定, 色谱图见图 1, 结果见表 1。

3 讨论

连翘为果实类药材, 其种子易散落, 在采收时常混杂有泥土、枝梗等非药用部位, 饮片加工常用水漂洗去除杂质。因其有效成分溶于水, 浸泡时间选择不当会造成有效成分的流失。但由于连翘为壳类药材, 水洗时溶解了药材表面的有效成分, 而水的穿透力有限, 在一定的时间内, 有效成分的损失反而不大。因而, 漂洗时间宜在 10 min 内完成最佳。



A-连翘苷对照品 B-去心品 C-不去心品 D-浸泡品 E-炒黄品 F-炒焦品 G-炒炭品 H-朱砂拌品 * -连翘苷
A-forsythine reference substance B-product without core C-product with core D-product washed with water E-stir-fried product F-burnt product G-carbonated product H-product processed with vermilion * -forsythine

图 1 连翘苷对照品和连翘不同炮制品的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatogram of forsythine reference substance and different processed products of *F. suspensa*

表 1 连翘不同炮制品中连翘苷的测定结果 (n=3)

Table 1 Determination of forsythine in different processed products of *F. suspensa* (n=3)

样品	连翘苷/%	RSD/%	样品	连翘苷/%	RSD/%
去心品	0.319	0.6	炒黄品	0.283	1.3
不去心品	0.213	0.5	炒焦品	0.256	1.6
连翘心	0.025	1.6	炒炭品	0.102	1.2
浸泡品 I	0.295	0.8	朱砂拌品 I	0.296	0.5
I	0.281	1.1	II	0.293	0.8
II	0.279	0.7	III	0.289	0.7
IV	0.279	1.3			

连翘的炮制目的主要是降低其苦寒之性。实验结果表明,不同炮制品中连翘苷的变化依次为:去心品>炒黄品>炒焦品>炒炭品,说明在炮制过程中会受热影响,温度太高易使连翘苷受到破坏,故炒炭品不适宜。朱砂拌品在各省的炮制规范均有记载,但加入朱砂的量各有不同,笔者通过对加入不同量的朱砂炮制品的连翘苷进行比较,结果差别不大。朱砂拌品的炮制目的是与辅料的协同作用,突出其清心安神、镇惊的功效。

在过去用药习惯上分连翘壳与连翘心两种。文献报道,经过挥发油测定认为连翘心与壳成分一致,入药可不去心^[4]。从实验结果看,连翘心中连翘苷的质量分数很低,故不去心品仅为去心品的 2/3,认为分连翘壳与连翘心两种入药更为合理。

上述分析结果表明,中医临床要求把不同的连翘炮制品应用于不同疾病及治疗对象有一定的科学道理。《中国药典》2005 年版一部仅收载生品,未能更好地发挥中医药特色。

References:

- [1] Zheng H Z, Dong Z H, She J, et al. Modern Study Application of Traditional Chinese Medicine (中药现代研究与应用) [M]. Beijing: Xueyuan Press, 1997.
- [2] Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Traditional Chinese Medicine, National Institute for the Control of Pharmaceutical and Biological Products. The Experience Integrated for Process of Herb (中药炮炙经验集成) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1963.
- [3] Ch P 中国药典 [S]. Vol 1. 2000.
- [4] Cui Y Y, Feng S Y. HPLC analysis of the active ingredients of *Forsythia suspensa* [J]. Acta Pharm Sin (药学报), 1992, 27 (8): 603.

金莲花露中总黄酮和苊草苷的测定

辛春兰¹, 潘海峰², 李守拙², 张素华¹

(1. 承德医学院附属医院, 河北 承德 067000; 2. 承德医学院中药研究所, 河北 承德 067000)

金莲花露是由金莲花提取液、蔗糖、山梨酸钾、稳定剂、纯净水制成的功能性饮品,具有清咽润喉、清热解暑的功效。金莲花主要含有黄酮类化合物,其

中苊草苷和牡荆苷量较高。金莲花制剂的质量控制多采用分光光度法测定总黄酮,总黄酮的测定多采用芦丁为对照品,检测波长为 340 nm^[1]或用亚硝酸