

苦参饮片炮制质量初探

★ 王文凯 欧阳敏 (江西中医学院 南昌 330006)

关键词:苦参;炮制品;浸出物;总碱;薄层色谱

中图分类号:R 283.3 文献标识码:A

苦参性味苦寒,具有清热燥湿、杀虫、利尿的功能,是中医临床常用中药。苦参含生物碱类成分,为苦参中主要有效成分,主要包括苦参碱和氧化苦参碱。苦参生物碱具有抗心律失常、抗病毒、抗肝纤维化、消炎、平喘、免疫调节及抗肿瘤等多种药理作用,其制剂在临床的应用日益广泛^[1,2]。历代文献记载苦参的炮制方法有醋制、酒制、胆汁制、炙制、油制、炒制、煨制、制炭、麸制等^[3]。本文对炒黄、炒炭、麸炒、酒炒、烘制法进行了水溶性浸出物、醇溶性浸出物、苦参总碱含量测定,并进行了薄层色谱分析。

表 3 蒸馏提取挥发油过程中阿魏酸峰面积变化($n=3$)

时间/h	阿魏酸峰面积
1	9774717
2	9868254
3	11415220
4	9269915
5	9091706
6	8352978
7	8020295
8	7325967
9	6945276

共水蒸馏提取挥发性成分过程中不同时间有效成分阿魏酸峰面积的变化趋势如下图 1 所示。

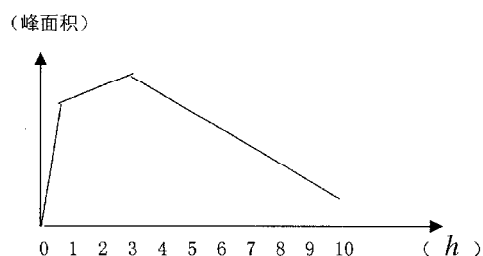


图 1 共水蒸馏提取挥发油过程中阿魏酸峰面积变化趋势

4 结论与讨论

(1)实验表明:当归、川芎中有效成分阿魏酸易

1 材料、试剂

1.1 药材 苦参饮片,购于武宁县医药公司,经鉴定为豆科植物苦参 *Sophore flavescens* Ait.干燥根的切制品。

1.2 辅料 黄酒,浙江省绍兴县丁港酿酒厂生产,酒精度:18%。

1.3 对照品 氧化苦参碱、槐定碱(中国药品生物制品检定所)。

1.4 试剂 基准邻苯二甲酸氢钾,基准无水碳酸钠,硅胶 G(薄层色谱用),氯仿、乙醇、乙醚、氨水、甲醇等试剂均为分析纯。

溶于热水中,且在蒸馏提取挥发性成分过程中对热不稳定,在约 3 小时时阿魏酸峰面积达到最大值,以后逐渐下降。当归、川芎挥发性成分的提取工艺为加 10 倍药材量的水浸泡 1 小时,8 小时提取挥发油的量达最大值。

(2)当归、川芎中所含挥发性成分与阿魏酸均为主要有效成分,在制剂制备工艺过程中应尽可能多的保留有效成分确保药效的发挥,故在确定提取工艺时必须进行综合考虑。由表 2 可知蒸馏提取在 3 小时时挥发油提取率可达 70% 以上,且阿魏酸峰面积达到最大值。

(3)当归、川芎中所含挥发性成分提取时间达 8 小时时提尽,若只考虑挥发性成分的提取率则最佳条件为 8 小时,但有效成分阿魏酸对热不稳定,在蒸馏提取 8 小时时,仅为最大峰面积的 60.84%,综合考虑挥发性成分提取率与阿魏酸提取率,提取时间确定在 3 小时为宜。

综上所述,由当归、川芎中所含主要有效成分的保留率确认当归、川芎共水蒸馏提取挥发性成分的较佳工艺为加 10 倍药材量的水浸泡 1 小时,提取时间以 3 小时为佳。

(收稿日期:2004-02-23)

1.5 标准溶液 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液、0.01 mol/L 硫酸标准溶液,按《中国药典》配制与标定。

2 方法与结果

2.1 样品制备 生品:取净苦参饮片,粉碎,过3号筛,粉末备用。

烘制品:取净苦参饮片,置烘箱内, $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘制10分钟,成品具有香气。取出放凉,粉碎,过3号筛,粉末备用。平均得率为94.95%。

炒黄品:取净苦参饮片,置炒制容器内,文火加热,炒至黄色,取出,晾凉,粉碎,过3号筛,粉末备用。平均得率为88.08%。

麸炒品:取麦麸撒入热锅内,待冒烟时,投入干燥的净苦参饮片,武火快速拌炒,至颜色加深,呈黄色,具焦香气时,取出,筛去麦麸,放凉。(每100 kg 苦参用麦麸10 kg)。粉碎,过3号筛,粉末备用。平均得率为91.5%。

酒炙品:取净苦参饮片,加黄酒拌均,稍闷,待酒被吸尽后,置炒制容器内,用文火炒干,取出,放凉。(每100 kg 苦参用黄酒10 kg)。粉碎,过3号筛,粉末备用。平均得率为89.87%。

炒炭品:取净苦参饮片,置炒制容器内,用武火加热,炒至表面呈焦黑色,内部焦黄色,喷淋清水少许,熄灭火星,取出,凉透。粉碎,过3号筛,粉末备用。平均得率为80.21%。

2.2 薄层色谱分析 供试液制备:取苦参生品、烘制品、炒黄品、麸炒品、酒炙品、炒炭品各0.5 g,分别加氯仿25 mL、浓氨试液0.3 mL,摇匀,放置过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿溶解,分别制成1、2、3、4、5、6号供试品点样液。

对照液制备:取氧化苦参碱对照品、槐定碱对照品,加乙醇溶解,分别制成7、8号对照品点样液。

薄层板:硅胶G加2%氢氧化钠溶液制板。展开剂:氯仿-甲醇-浓氨试液(5:0.6:0.3), 10°C 以下放置后的下层溶液。展开方式:上行展开,展距8 cm。显色:喷碘化铍钾试液,显棕色斑点。

结果:苦参各种炮制品薄层斑色基本保持一致,并均在7号斑色处显同样的斑点。

2.3 水溶性浸出物测定 按《中国药典》浸出物测定法中热浸法测定苦参不同炮制品水溶性浸出物,结果见表1。

表1 苦参炮制品水溶性浸出物含量($n=3$)

样品	水溶性浸出物含量(%) $\bar{x} \pm s$	相当于生品水溶性 浸出物的百分比(%)	P 值
生品	29.313 $\pm$ 0.127	100	
烘制品	23.307 $\pm$ 0.258	79.51	<0.001
炒黄品	21.923 $\pm$ 0.112	74.79	<0.001
麸炒品	25.240 $\pm$ 0.245	86.11	<0.001
酒炙品	23.940 $\pm$ 0.010	81.67	<0.001
炒炭品	18.883 $\pm$ 0.285	64.42	<0.001

2.4 醇溶性浸出物测定 按《中国药典》浸出物测定法中热浸法测定苦参不同炮制品醇溶性浸出物,结果见表2。

2.5 苦参总碱含量测定 分别取苦参各炮制品约0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入氯仿25 mL、浓氨试液

0.3 mL,称定重量,摇匀,室温置过夜(16小时以上),再称定重量,补足损失的溶剂量,振摇后放置,用滤纸滤过。精密吸取滤液10 mL,水浴蒸干,残渣加中性乙醇3 mL使溶解,蒸干,残渣加乙醚5 mL使溶解。精密加硫酸液(0.01 mol/L)10 mL,摇匀,置水浴上加热,使残渣完全溶解,除尽乙醚,放冷。加新沸过的冷水15 mL与甲基红指示液2滴,用氢氧化钠液(0.02 mol/L)滴定至黄色,即得。每1 mL的硫酸液(0.01 mol/L)相当于4.967 mg的苦参碱($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}$)。结果见表3。

表2 苦参炮制品醇溶性浸出物含量($n=3$)

样品	醇溶性浸出物含量(%) $\bar{x} \pm s$	相当于生品醇溶性 浸出物的百分比(%)	P 值
生品	15.200 $\pm$ 0.244	100	
烘制品	14.860 $\pm$ 0.157	97.76	>0.05
炒黄品	14.583 $\pm$ 0.270	95.94	<0.05
麸炒品	14.440 $\pm$ 0.291	95.00	<0.01
酒炙品	14.530 $\pm$ 0.060	95.59	<0.05
炒炭品	12.493 $\pm$ 0.244	82.19	<0.001

表3 苦参炮制品苦参总碱含量($n=3$)

样品	苦参总碱含量(%) $\bar{x} \pm s$	相当于生品苦参碱 含量的百分比(%)	P 值
生品	3.253 $\pm$ 0.0404	100	
烘制品	3.053 $\pm$ 0.0379	93.85	<0.01
炒黄品	2.977 $\pm$ 0.0252	91.52	<0.001
麸炒品	3.020 $\pm$ 0.0346	92.84	<0.01
酒炙品	2.967 $\pm$ 0.1021	91.21	<0.001
炒炭品	2.713 $\pm$ 0.0252	83.40	<0.001

3 小结与讨论

苦参经炮制后,水溶性浸出物、醇溶性浸出物及苦参总碱含量与生品比较均有不同程度降低。除烘制品醇溶性浸出物没有显著性差异外,其余均有显著性差异。在各项检测指标中,水溶性浸出物降低最多,降低13.89%~35.89%,醇溶性浸出物及苦参总碱降低相对较小,分别降低2.24%~17.81%及6.15%~16.6%。故苦参炮制时,对水溶性成分影响较大,生品成分含量最高。

在生品以外的另5种样品中,炒炭品降低最多,水、醇溶性浸出物及苦参总碱比生品分别降低35.58%、17.81%及16.6%,比烘制品分别降低18.98%、15.93%、11.13%。因此,炮制温度愈高,对苦参中成分破坏愈大。其他4种炮制品浸出物及总碱含量相接近,但是,仍有一定的差异。烘制品比炒黄品水、醇溶性浸出物及苦参总碱分别提高5.96%、1.88%及2.30%,炮制工艺比炒黄品易于控制;麸炒品与烘制品比较,醇溶性浸出物及苦参总碱无显著性差异,但是,水溶性浸出物显著提高。

参考文献

- [1]焦霞,沈其昀.苦参生物碱的临床及药理研究进展[J].中药新药与临床药理,2002,13(3):192
- [2]陈曙霞.苦参生物碱的药理研究进展[J].中成药,2003,25(1):75
- [3]叶定江,张世臣.中药炮制学[M].北京:人民卫生出版社,1999.

329

(收稿日期:2003-11-26)