

# 黄芩煮散与传统饮片有效成分的煎出效果比较

文谨, 刘起华\*, 彭智平, 仝小林

(中国中医科学院广安门医院, 北京 100053)

**[摘要]** **目的:**比较黄芩饮片与煮散在相同煎煮条件下,不同时间煎出液中有效成分含量和干膏率的变化。**方法:**采用HPLC测定黄芩苷、汉黄芩苷及黄芩素含量,流动相甲醇-0.2%磷酸溶液(47:53),检测波长280 nm。以有效成分含量及干膏率为指标,比较相同条件下黄芩饮片和煮散在不同时间点的煎煮效果。**结果:**黄芩煮散第1,2次煎煮时间均为10 min,黄芩饮片则依次为30,10 min。不同时间点黄芩煮散煎液中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量及干膏收率均高于黄芩饮片煎液。**结论:**煮散的煎煮时间较传统饮片明显缩短,具有省时、省材的优点,为煮散的推广应用提供参考。

**[关键词]** 黄芩; 饮片; 煮散; 有效成分; 干膏得率

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)11-0034-03

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2014110034

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140324.1538.003.html>

**[网络出版时间]** 2014-03-24 15:38

## Comparison on Decoction Effect of Pieces and Decocting Powders of Scutellariae Radix

WEN Jin, LIU Qi-hua\*, PENG Zhi-ping, TONG Xiao-lin

(Guang'anmen Hospital, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100053, China)

**[Abstract]** **Objective:** Under the same decoction conditions, to compare changes of contents of effective components and yield of dry extract between herbal pieces and decocting powders of Scutellariae Radix in decoction at different boiling times. **Method:** HPLC was used to determine contents of baicalin, wogonoside and baicalein with mobile phase of methanol-0.2% phosphoric acid (47:53) and detection wavelength at 280 nm. Taking yield of dry extract and contents of active ingredients as indexes, under the same conditions, decoction effect of herbal pieces and decocting powders of Scutellariae Radix at different decoction time was detected. **Result:** Decoction time of decocting powders of Scutellariae Radix were 10 min in the first and second time, while they were 30, 10 min in herbal pieces. Contents of baicalin, wogonoside, baicalein and yield of dry extract in decocting powders were both greatly more than they were in herbal pieces of Scutellariae Radix. **Conclusion:** Decocting powders had advantages of time-saving and material-saving, this study could provide a reference for its application.

**[Key words]** Scutellariae Radix; herbal pieces; decocting powders; effective components; yield of dry extract

黄芩具有清热燥湿、泻火解毒、止血的功效<sup>[1]</sup>,

有效成分为黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素等黄酮类化合物,含量较高且具有明显药理活性<sup>[2]</sup>,可作为汤剂(含黄芩)煎煮质量的评价指标<sup>[3-4]</sup>。中药煮散系指以水为溶媒与药材颗粒或细末煎煮取汁服用的用药形式<sup>[5]</sup>,本实验在传统中药煮散理论指导下,通过比较黄芩饮片与煮散在煎煮过程中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量和干膏率的变化,为开发节药型中药煮散饮片提供参考。

**[收稿日期]** 20130917(003)

**[基金项目]** 国家“973计划”项目(2010CB530601);北京市科委项目(Z121102001112010)

**[第一作者]** 文谨,主管药师,从事制剂分析研究, Tel: 13651083263, E-mail: wenjin7777@hotmail.com

**[通讯作者]** \*刘起华,主任药师,从事医院制剂研究, Tel: 010-60214943, E-mail: gam-yaoyan@163.com

## 1 材料

LC-20A 型高效液相色谱仪(日本岛津),FZ102 微型植物试样粉碎机(北京中兴伟业仪器有限公司),AB204-N 型电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司),BP211D 型电子分析天平(德国 Sartorius 公司)。

黄芩购于北京市双桥燕京中药饮片厂,经刘起华主任药师鉴定为唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根;黄芩苷、黄芩素对照品(中国食品药品检定研究院,批号分别为 0715-9708,111595-200905),汉黄芩苷对照品(批号 1119-090820,中药固体制剂制造技术国家工程研究中心),甲醇为色谱纯,水为娃哈哈高纯水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 黄芩水煎液的制备** 精密称取黄芩传统饮片约 5 g,共 9 份,各加入 10 倍量水浸泡 20 min,取 4 份样品依次煎煮 10,15,20,30 min,滤过,滤液加水定容至 100 mL,备用;另 5 份样品煎煮 30 min,滤过,收集滤液备用,滤渣加 10 倍量水依次煎煮 5,10,15,20,30 min,滤过,合并 2 次滤液,加水定容至 100 mL,备用。精密称取自制黄芩煮散约 5 g,共 9 份,按上述方法制备黄芩煮散水煎液。

**2.2 黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素的含量测定**

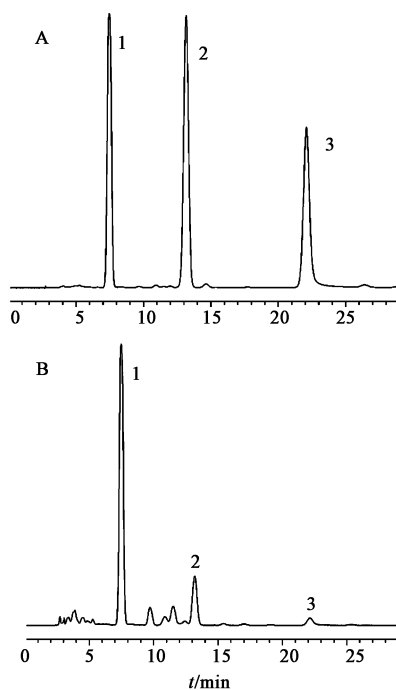
**2.2.1 色谱条件**<sup>[1,6]</sup> Hypersil ODS 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),流动相甲醇-0.2% 磷酸溶液(47:53),检测波长 280 nm,流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>,柱温 35 °C,见图 1。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素对照品适量,加 50% 甲醇稀释,得 123.24,92.16,57.42 mg · L<sup>-1</sup> 混合对照品溶液。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密量取 2.1 项下各水煎液 1 mL,加甲醇稀释并定容至 50 mL,摇匀,经 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得。

**2.2.4 标准曲线绘制** 精密吸取混合对照品溶液 2,4,6,8,10 μL 注入液相色谱仪,按 2.2.1 项下色谱条件测定,以峰面积积分值为纵坐标,进样量为横坐标,得黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素回归方程依次为  $Y = 2.444 \times 10^6 X - 4755$  ( $r = 0.9999$ ),  $Y = 3.152 \times 10^6 X - 3458$  ( $r = 0.9999$ ),  $Y = 5.284 \times 10^6 X - 37637$  ( $r = 0.9997$ ),线性范围分别为 0.246 ~ 1.23,0.184 ~ 0.922,0.115 ~ 0.574 μg。

**2.2.5 精密度试验** 精密吸取同一煮散供试品溶液 10 μL,重复进样 6 次,按 2.2.1 项下色谱条件测



A. 对照品;B. 供试品;1. 黄芩苷;2. 汉黄芩苷;3. 黄芩素

图 1 黄芩煮散水煎液 HPLC

定,结果黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素峰面积的 RSD 分别为 0.05%,0.3%,1.1%,表明仪器精密度良好。

**2.2.6 稳定性试验** 精密吸取同一煮散供试品溶液 10 μL,分别于制备后 0,2,4,8,12,24 h 按 2.2.1 项下色谱条件测定,结果黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素峰面积的 RSD 分别为 0.1%,0.7%,1.8%,表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

**2.2.7 重复性试验** 精密称取黄芩煮散 5 份,每份 5 g,按 2.1 项下方法制备供试品溶液,按 2.2.1 项下色谱条件测定,结果黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素峰面积的 RSD 分别为 0.4%,0.3%,1.0%,表明该方法重复性良好。

**2.2.8 加样回收率试验** 精密称定已知含量的黄芩煮散样品 5 份,按 2.1 项下方法制备供试品溶液,精密加入黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素对照品适量,摇匀,按 2.2.1 项下色谱条件测定,计算黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素的平均回收率分别为 99.3%,98.5%,97.5%,RSD 分别为 1.0%,1.4%,1.6%,符合含量测定要求。

**2.3 干膏率测定** 分别吸取 2.1 项下各样品水煎液 10 mL,置于已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于 105 °C 干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定质量,计算干膏率。

**2.4 样品测定** 精密量取 2.1 项下各水煎液,按 2.2.1 项下色谱条件测定,计算黄芩饮片及煮散水

煎液中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量及干膏率,结果见图2。

由图2可知,相同条件下,第1次加水煎煮时,黄芩煮散和传统饮片分别在10,30 min时,煎液中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量较高;在第1次煎煮30 min后,第2次加水再煎煮时,黄芩煮散与传统饮片中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量均

时达较高值,之后有效成分的含量及干膏率变化均不明显。确定黄芩煮散第1,2次煎煮时间均为10 min,而黄芩饮片第1,2次煎煮时间分别为30,10 min,说明煮散的煎煮时间明显较传统饮片缩短。在整个煎煮过程中,在任一时间点,黄芩煮散煎液中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量及干膏收率均高于传统饮片。

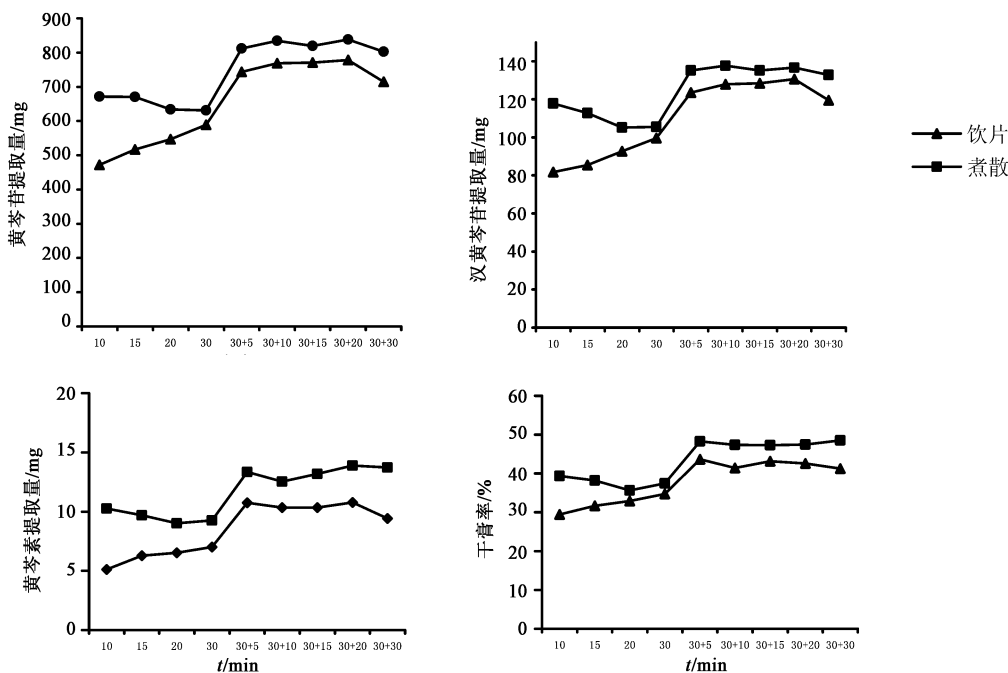


图2 不同煎煮时间对黄芩传统饮片与煮散中黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素含量及干膏率的影响(n=3)

### 3 讨论

试验结果发现黄芩饮片粉碎成煮散后进行煎煮,有效成分含量和干膏收率均增加,但黄芩煮散粒度10~80目的颗粒不得少于80%,其中10~20目的颗粒应占总颗粒的60%。黄芩煮散第1次煎煮时加水量为10倍,随煎煮时间的增加,水量会蒸发,而课题组研究发现水量对煮散有效成分的煎出量具有显著性影响,即水量的减少会导致黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素煎出量及干膏率均呈现减少趋势;第2次煎煮时再加入10倍量水,有效成分煎出量则比第1次煎煮显著增加。

黄芩煮散是用炮制后的饮片粉碎制成,黄芩饮片根据2010年版《中国药典》的炮制方法,将原药材已置于沸水中煮10 min或蒸0.5 h,故可认为其含有的黄芩酶已被破坏,失去了催化转化活性,并不会影响黄芩苷等有效成分的损失,故本文中黄芩按常规煎煮法提取。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:282.
- [2] 高中洪,黄开勋,徐辉碧. 黄芩中黄酮类生物活性的研究进展[J]. 中国药学杂志,1998,33(12):705.
- [3] 潘鹏飞,孙菲,李延雪. HPLC法同时测定黄芩中黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素的含量[J]. 中国药师,2012,15(1):75.
- [4] 候学智,张振秋,尤春雪,等. HPLC测定黄芩中6个成分的含量[J]. 中国现代应用药学,2012,29(11):1010.
- [5] 穆兰澄,曹京梅,李冀湘,等. 中药煮散的历史沿革与现代研究概述[J]. 中国实验方剂学杂志,2008,14(7):74.
- [6] 周锡钦,张庆英,梁鸿,等. 黄芩中主要黄酮类成分的含量分析[J]. 中国中药杂志,2009,34(22):2910.

[责任编辑 刘德文]