

# 黄柏饮片与煮散颗粒在不同煎煮时间点盐酸小檗碱含量 和干膏收率的比较

林俊芝<sup>1</sup>, 傅超美<sup>1\*</sup>, 毛茜<sup>1</sup>, 刘婧<sup>1</sup>, 马雪玮<sup>1</sup>, 杨玲<sup>2</sup>

(1. 成都中医药大学药学院中药材标准化教育部重点实验室, 成都 611137;

2. 西南民族大学, 成都 610041)

**[摘要]** 目的: 比较黄柏饮片与煮散颗粒在不同煎煮时间点盐酸小檗碱含量和干膏收率的变化。方法: 采用 HPLC 测定黄柏饮片和煮散颗粒在不同煎煮时间点煎液中盐酸小檗碱含量, 同时测定不同煎煮时间点煎液中的干膏收率。结果: 煎煮 5~60 min 时, 不同时间点黄柏煮散颗粒煎液中的盐酸小檗碱含量及干膏收率均高于黄柏饮片煎液, 差异均有极显著性 ( $P < 0.01$ )。结论: 本试验验证了中药煮散省时省材之优点, 以期为中药传统饮片应用形式的创新提供新思路。

**[关键词]** 黄柏; 饮片; 盐酸小檗碱; 干膏收率

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)12-0041-03

## Comparison of Changes of Content of Berberine Hydrochloride and Yield of Dry Extract from Pieces and Powder of *Phellodendri chinense* in Different Boiling Time

LIN Jun-zhi<sup>1</sup>, FU Chao-mei<sup>1\*</sup>, MAO Qian<sup>1</sup>, LIU Jing<sup>1</sup>, MA Xue-wei<sup>1</sup>, YANG Ling<sup>2</sup>

(1. College of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine; Ministry of Education Key Laboratory of Standardization of Chinese Herbal Medicine, Chengdu 611137, China;

2. Southwest University for Nationalities, Chengdu 610041, China)

**[Abstract]** **Objective:** To compare changes of content of berberine hydrochloride and yield of dry extract between pieces and powder of *Phellodendri chinense* in different boiling time. **Method:** HPLC was used to determine the content of berberine hydrochloride and yield of dry extract from decoction of pieces and powder of *P. chinense* at different decoction time. **Result:** The content of berberine hydrochloride and yield of dry extract in powder were both greatly more than they were in pieces of *P. chinense* during 5-60 min, there was a significant difference ( $P < 0.01$ ). **Conclusion:** This study verified that Chinese medicine decoction had advantages of time-saving and energy-saving, in order to provide new ideas for application form innovation of traditional Chinese medicine pieces.

**[Key words]** *Phellodendri chinense*; powder; berberine hydrochloride; yield of dry extract

黄柏性寒、味苦, 归肾、膀胱经, 具有清热燥湿、

泻火除蒸、解毒疗疮的功效, 临床常用于治疗湿热泻痢、黄疸尿赤、骨蒸劳热、盗汗、遗精等症<sup>[1]</sup>。其有效成分主要为小檗碱、黄柏碱、巴马汀等生物碱类成分<sup>[2]</sup>, 另外还含有黄柏内酯、黄柏酮等柠檬苦素类成分<sup>[3]</sup>。中药煮散是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>[4-6]</sup>, 本试验在传统中药煮散理论指导下, 通过比较黄柏饮片与煮散颗粒煎煮过程中盐酸小檗碱含量和干膏收率的变化<sup>[7]</sup>, 旨在为开发节药、环保的新型中药现代饮片

**[收稿日期]** 20120104(015)

**[基金项目]** 四川省科技支撑计划(310931)

**[第一作者]** 林俊芝, 在读硕士研究生, 从事中药制剂新技术新方法研究, Tel: 15982297746, E-mail: 582097013@qq.com

**[通讯作者]** \* 傅超美, 教授, 博士生导师, 从事中药新制剂、新剂型和新技术研究, Tel: 13981855638, E-mail: chaomeifu@126.com

提供新思路。

## 1 材料

Shimadzu LC-20AT 型高效液相色谱仪(日本岛津公司),DJ 灵巧型粉碎机(上海淀久中药机械制造有限公司),Sartorius-BS110S 型分析天平(德国赛多利斯公司)。

黄柏饮片(四川新荷花中药饮片股份有限公司,产地四川,批号 0905208),黄柏煮散颗粒为实验室自制(取黄柏粗粉,按  $0.7 \text{ mL} \cdot \text{g}^{-1}$  均匀加水,挤出制粒,于  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  干燥 2 h 取出整粒即得。盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110713-200911),乙腈为色谱纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 盐酸小檗碱的含量测定

#### 2.1.1 色谱条件与系统适用性试验<sup>[1]</sup>

Diamonsil™ C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液(50:50)(每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.1 g),流速  $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ,检测波长 265 nm,柱温  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取盐酸小檗碱对照品适量,加流动相制成质量浓度  $0.326 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的溶液,即得。

2.1.3 供试品溶液的制备 分别精密称取黄柏饮片 5 g,共 10 份,分别加入 10 倍量水,浸泡 30 min,取 5 份样品分别煎煮 5, 10, 15, 20, 30 min,滤过,滤液定容至 200 mL,备用。另 5 份样品煎煮 30 min,滤过,收集滤液备用,滤渣中加入 10 倍量水分别煎煮 5, 10, 15, 20, 30 min,滤过,合并 2 次滤液,定容至 200 mL,备用。水煎液冷却后,经  $0.45 \text{ } \mu\text{m}$  微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。分别精密称取黄柏煮散颗粒 5 g,共 10 份,同法制备黄柏煮散颗粒的供试品溶液。

2.1.4 样品测定 分别精密吸取黄柏对照品溶液  $10 \text{ } \mu\text{L}$ ,黄柏饮片及煮散颗粒不同时间点的供试品溶液  $10 \text{ } \mu\text{L}$ ,按上述色谱条件测定。色谱图见图 1。

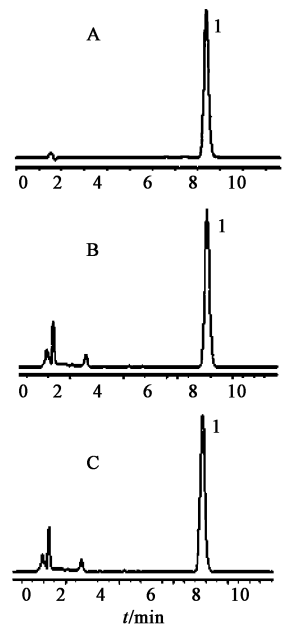
### 2.2 干膏收率的测定

2.2.1 样品的制备 同 2.1.3 项下方法。

2.2.2 干膏收率的测定 分别精密吸取上述供试液 50 mL,置已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定质量。

### 2.3 数据处理与分析

2.3.1 将黄柏饮片与煮散颗粒不同煎煮时间点盐



A 对照品;B 饮片;C 煮散颗粒;1. 盐酸小檗碱

图 1 黄柏 HPLC

酸小檗碱含量和干膏收率的测定结果输入 SPSS13.0 统计分析软件进行处理,结果见表 1。

由表 1 结果可知,在煎煮 5 ~ 60 min 过程中,不同时间点黄柏煮散颗粒煎液中的盐酸小檗碱含量及干膏收率均高于黄柏饮片煎液,且具有极显著性差异。

## 3 讨论

预试验对黄柏不同煮散颗粒粒度(粗粉、中粉和细粉)进行煎煮考察,结果显示当黄柏粉碎成中粉和细粉时,都极易出现糊锅现象,且不易过滤。在一定粉末粒度范围内,黄柏粉末粒径越小,提取效率越高,但杂质(如黏液质)也越多,故本试验选择黄柏粗粉作为研究对象。

通过黄柏饮片与煮散颗粒煎煮过程中盐酸小檗碱含量和干膏收率变化的考察,黄柏饮片粉碎成粗粉后进行煎煮,盐酸小檗碱含量和干膏收率大大增加。目前,中药材的资源保护迫在眉睫,而现行的中药传统饮片、中药配方颗粒等均不能解决这些问题。本试验结果不仅验证了中药煮散省材省时之优点,同时为中药传统饮片应用形式的创新提供了新思路。

本试验除选择盐酸小檗碱含量为评价指标,同时测定干膏收率的变化,在一定程度上符合中药多成分的特点。为更准确、全面地控制中药质量,课题组将引入指纹图谱技术和代谢组学技术<sup>[8-9]</sup>,以便能更敏感直观地评价中药饮片和粉末的相似度和差

表1 黄柏饮片、煮散颗粒不同煎煮时间盐酸小檗碱含量及干膏收率的对比( $\bar{x} \pm s, n=3$ )

t/min	盐酸小檗碱/mg		干膏收率/%	
	黄柏饮片	黄柏煮散颗粒	黄柏饮片	黄柏煮散颗粒
5	58.80 ± 2.26	105.25 ± 2.57 <sup>1)</sup>	4.64 ± 0.68	11.84 ± 1.44 <sup>1)</sup>
10	59.60 ± 1.56	110.39 ± 7.59 <sup>1)</sup>	4.89 ± 1.32	14.37 ± 1.17 <sup>1)</sup>
15	98.05 ± 2.02	139.35 ± 16.21 <sup>1)</sup>	7.71 ± 1.31	15.85 ± 2.03 <sup>1)</sup>
20	101.15 ± 3.75	142.35 ± 14.5 <sup>1)</sup>	7.95 ± 1.46	17.02 ± 2.32 <sup>1)</sup>
30	106.10 ± 4.06	142.85 ± 18.46 <sup>1)</sup>	8.48 ± 2.11	17.39 ± 1.98 <sup>1)</sup>
35	144.45 ± 7.85	185.25 ± 24.54 <sup>1)</sup>	11.54 ± 1.79	21.21 ± 0.98 <sup>1)</sup>
40	149.40 ± 11.91	185.30 ± 23.19 <sup>1)</sup>	13.24 ± 2.05	22.36 ± 1.67 <sup>1)</sup>
45	150.40 ± 13.29	186.95 ± 15.91 <sup>1)</sup>	13.02 ± 2.13	22.03 ± 2.03 <sup>1)</sup>
50	153.95 ± 20.01	189.20 ± 15.27 <sup>1)</sup>	12.63 ± 2.32	22.76 ± 1.33 <sup>1)</sup>
60	154.35 ± 20.17	189.65 ± 20.20 <sup>1)</sup>	14.51 ± 1.78	22.93 ± 1.93 <sup>1)</sup>

注:<sup>1)</sup>表示  $P < 0.01$ 。

异性,以期在整体层面建立科学全面的质量控制标准体系。

#### [参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:66.
- [2] 周海燕.关黄柏化学成分的研究[D].沈阳:沈阳药科大学,2001.
- [3] 江纪武,肖庆祥.植物药有效成分手册[M].北京:人民卫生出版社,1986:447.
- [4] 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.
- [5] 郑乾文.中药煮散的研究概述[J].海峡药学,2009,21(1):146.
- [6] 江泳,冯欣,杨殿新,等.对中药煮散剂现状的认识与思考[J].四川中医,2010,28(5):69.
- [7] 穆兰澄,曹京梅,牟继征,等.中药煮散与自动煎药机煎煮液的煎出率比较[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(18):39.
- [8] 周明眉,范自全,贾伟,等.传统医药的整体性与现代医药的局部性的融合-代谢组学在中药复方研究中的应用[J].中国天然药物,2009,7(2):95.
- [9] 苏桃,陆兔林,毛春芹,等.代谢组学与中医药现代化研究[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(7):247.

[责任编辑 仝燕]