

# 防己黄芪汤水煎液中二种防己生物碱煎出量测定

吕翠平<sup>1</sup>, 郭亚健<sup>2\*</sup>, 张莹<sup>2</sup>

(1. 山西省汾西县人民医院, 山西 汾西 031500; 2. 北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

**[摘要]** 目的: 考察防己黄芪汤水煎煮 2 种防己生物碱的煎出量。方法: 采用薄层扫描法测定生物碱量, 稀碘化铋钾显色后测定, 测定波长 495 nm, 参比波长 600 nm。结果: 测得防己黄芪汤水煎液中粉防己碱的量为 0.69 mg/100 mL, 去甲粉防己碱为 0.23 mg/100 mL, 水煎前防己饮片中粉防己碱为 1.39%, 去甲粉防己碱为 0.57%; 防己黄芪汤药材水煎后的防己饮片中粉防己碱为 1.26%, 去甲粉防己碱为 0.26%。结论: 防己黄芪汤水煎液中 2 种生物碱量少, 煎出率不高。

**[关键词]** 防己黄芪汤; 防己; 粉防己碱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2006)12-0030-02

防己黄芪汤始载于《金匱要略》, 有益气祛风之功效, 为治疗风水或风湿之方药, 由防己、黄芪、白术、甘草、生姜、大枣组成<sup>[1]</sup>。其中防己有利水消肿、祛风止痛之作用。防己中主要成分粉防己碱有抗炎、镇痛等作用, 去甲粉防己碱亦有镇痛作用<sup>[2]</sup>。防己药材中粉防己碱, 去甲粉防己碱等的含量测定已有报道<sup>[3~6]</sup>。防己黄芪汤水煎液中防己生物碱的含量测量未见报道, 防己黄芪汤水煎煮, 防己生物碱的煎出率未见报道。本研究测定了防己黄芪汤水煎剂中 2 种防己生物碱的含量, 测定了水煎煮后的防己药渣中 2 种生物碱的含量。

## 1 试药与仪器

粉防己碱对照品(自制, 纯度 98.40%), 去甲粉防己碱对照品(自制, 纯度 95.00%), 防己饮片购自药店, 经北京中医药大学中药学院生药系教授阎玉凝鉴定为粉防己 *Stephania tetrandra* S. Moore 的根。其它药材饮片符合药典规定。

薄层扫描仪为日本岛津 CS-9000 型双波长扫描仪, 定量毛细管(DRUMMOND, U. S. A)。薄层色谱板为青岛海洋化工厂产品, 硅胶 G 板 10 cm × 10 cm。

## 2 方法与结果

**2.1 供试品溶液制备** 称取防己黄芪汤各药饮片防己 12 g, 黄芪 15 g, 甘草 6 g, 白术 9 g, 生姜 4 片, 大枣 3 枚, 按一般煎药方法加水适量煎煮 2 次(第 1 次加 200 mL 水, 浸 1 h 后煎煮 30 min; 第 2 次加水 150

mL 煎煮 20 min), 2 层纱布滤过, 合并 2 次水煎液, 放冷移至 200 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 备用。精密吸取水煮液 50.0 mL 置分液漏斗中, 用浓氨水调 pH 至 9~10, 用氯仿萃取 5 次(20 mL 1 次, 15 mL 3 次, 10 mL 1 次), 合并氯仿液, 少量水洗, 无水硫酸钠脱水后, 回收氯仿至干, 将残留物用 6 mL 丙酮分次溶解并转移至小锥形瓶中并置水浴上挥干, 精密吸取 1.0 mL 丙酮溶解, 为供试品溶液。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取粉防己碱对照品 1.36 mg, 精密加丙酮 2.0 mL 溶解; 精密称取去甲粉防己碱 1.0 mg, 精密加丙酮 2 mL 溶解, 即得。

**2.3 色谱及扫描条件** 薄层板为硅胶 G 板(10 cm × 10 cm), 展开剂为氯仿-丙酮(2:1), 浓氨水熏 30 min 后展开, 展距约 8 cm; 显色剂为稀碘化铋钾试剂。

扫描条件, 测定波长 495 nm, 参比波长 600 nm, SX=3 反射法锯齿扫描。

**2.4 线性关系考察** 分别吸取 2.2 项下配制的对照品各 1 2 3 4 5 μL 点于硅胶 G 板上, 按 2.3 项中条件展开、晾干、显色、测定、以点样量为横坐标, 以斑点积分值为纵坐标, 分别绘制标准曲线, 计算回归方程, 粉防己碱为  $Y = 29\ 122.0X + 2\ 134$ , 相关系数  $r = 0.998\ 0$ ; 粉防己碱在 0.68~3.40 μg 范围内线性关系良好; 去甲粉防己碱为  $Y = 33\ 171.0X - 610$ , 相关系数  $r = 0.997\ 8$ ; 去甲粉防己碱在 0.50~2.50 μg 范围内线性关系良好。

**2.5 专属性试验** 取防己黄芪汤方药除防己以外的其它药材饮片, 按 2.1 项方法制备水煎液并制成

[收稿日期] 2006-05-26

[通讯作者] \* 郭亚健, Tel: (010) 84738628

阴性对照液点样,同时吸取二种生物碱对照液点样,按2.3项下条件展开、显色,在与粉防己碱、去甲粉防己碱相同位置,阴性对照液未见斑点,说明其它药材对生物碱测定无干扰。

**2.6 稳定性试验** 对显色后的同一斑点,每隔10 min测定1次,共测定90 min,粉防己碱所得测定值  $RSD = 1.74\%$ ,去甲粉防己碱  $RSD = 1.66\%$ ,结果说明两种生物碱显色后的斑点在90 min内基本稳定。

**2.7 精密度试验** 在同一薄层板上分别点同份供试品溶液6个点,点样10  $\mu\text{L}$ ,展开、显色、测定,粉防己碱的测定值的  $RSD = 1.82\%$ ,去甲粉防己碱测定值的  $RSD = 3.31\%$ 。

**2.8 样品测定** 按2.1项下供试品溶液制备方法制备5份供试品溶液。在同一硅胶G板上吸取供试品溶液10  $\mu\text{L}$ ,粉防己碱对照品溶液,去甲粉防己对照品溶液各1  $\mu\text{L}$ 、4  $\mu\text{L}$ ,交叉点样,展开、显色、测定,结果为防己黄芪汤水煎液中粉防己碱的平均含量为0.69 mg/100 mL,  $RSD = 2.96\%$ ,去甲粉防己碱的平均含量为0.23 mg/100 mL,  $RSD = 4.48\%$ 。

**2.9 回收率试验** 取防己黄芪汤水煎液25.0 mL六份,分别加入适量粉防己碱,去甲粉己碱的酸水溶液,摇匀,按2.1项下操作,置分液漏斗中,氨水碱化,氯仿萃取,……制备供试品溶液。按照2.8项下方法点样,按2.3项下条件展开、测定、计算回收率,粉防己碱为98.20%,  $RSD = 2.20\%$ ;去甲粉防己碱为97.82%,  $RSD = 2.82\%$ 。

### 3 讨论

**3.1** 本实验曾采用紫外光(测定波长280 nm 参比波长350 nm)扫描法测定了防己药材中2种生物碱含量,供试品液制备采用中国药典2000年版一部,116页方法制备,测得本实验所用防己饮片中粉防己碱含量为1.39%, ( $n = 3$ ,  $RSD = 0.90\%$ ),去甲粉防己碱含量为0.57%, ( $n = 3$ ,  $RSD = 2.58\%$ )。但防己黄芪汤水煎液中,2种生物碱不能用紫外光测定,改用稀碘化铋钾显色后可见光测定,结果良好。

**3.2** 由于防己黄芪汤水煎液中2种生物碱含量很

低,所以我们将防己黄芪汤药材水煎煮后的药渣中的防己饮片挑拣出来,室温晾干,粉碎,测定其2种生物碱含量,结果测得粉防己碱含量为1.26%,去甲粉防己碱含量为0.26%。结果表明2种防己生物碱水煎煮提出率很低。绝大部分留在药渣中。本实验结果应引起人们的注意,提示人们在推行“中药免煎饮片”的进程中,如果用水煎法生产防己“免煎饮片”,可以利用药渣提取粉防己碱。粉防己碱为叔胺类双苄基异喹啉类生物碱,为脂溶性生物碱,难溶于水,水煎煮液中量少是合理的。同时也提示人们当某中药有效成份水溶性不好时,制备“免煎饮片”应注意考察提取率。

我们曾考虑到防己饮片块大,水煮出量少是否与此有关,因此将饮片粉碎成10~40目后加入配方中煎煮后测定其水煎液中两种生物碱,结果水煎液中粉防己碱含量为0.97 mg/100 mL,去甲粉防己碱为0.33 mg/100 mL,比饮片煎出量多,但绝大部分粉防己碱仍未煎出,而留在药渣中。

**3.3** 供试品溶液制备中对氯仿的萃取次数曾进行考察,萃取5次后,第6次萃取液中未检出粉防己碱和去甲粉防己碱,说明萃取5次已萃取完全。

### [参考文献]

- [1] 谢鸣. 中医方剂现代研究[M]. 下卷, 北京: 北京学苑出版社, 1997. 1440.
- [2] 方文贤, 宋崇顺, 周立孝. 医用中药药理学[M]. 北京: 北京人民卫生出版社, 1998. 491.
- [3] 何丽一, 李宝明, 段宏瑾, 等. 粉防己中三种双苄基异喹啉生物碱的高效液相色谱法测定[J]. 中草药, 1994, 25(12): 629.
- [4] 杨义方, 赵守训, 董善士, 等. 粉防己中生物碱的双波长薄层扫描法测定[J]. 中药通报, 1988, 13(12): 740.
- [5] 吴志荣, 金卫平. 薄层扫描法测定中药汉防己中汉防己甲素含量[J]. 中草药, 1988, 19(8): 13.
- [6] 陈浩桢, 徐国钧, 金蓉鸾, 等. 粉防己药材中汉防己甲素和乙素含量测定[J]. 中国中药杂志, 1993, 18(4): 232.