

延胡索2种炮制品煎液中的生物碱含量测定

梁晓华, 徐成东*, 张志星 (楚雄师范学院化学与生命科学系, 云南楚雄675000)

摘要 [目的] 为延胡索的炮制及其饮片质量控制提供理论依据。[方法] 采用酸碱滴定法和电位滴定法分别测定延胡索生品及其2种炮制品的水煎液的总生物碱含量, 并对测定结果进行分析比较。[结果] 酸碱滴定法测定的延胡索生品样品液的总生物碱含量的平均值为0.114 7%; 醋制延胡索的平均值为0.191 3%; 米泔水制延胡索的平均值为0.240 9%; 生品、醋制和米泔水制延胡索的平均回收率分别为101.24%、100.96%和101.58%, RSD分别为3.51%、3.51%和3.53%。电位滴定法测定的延胡索生品样品液的总生物碱含量的平均值为0.129 5%; 醋制延胡索的平均值为0.207 6%; 米泔水制延胡索的平均值为0.727 9%; 生品、醋制和米泔水制延胡索的平均回收率分别为94.58%、96.59%和97.61%, RSD分别为1.78%、1.77%和1.74%。[结论] 炮制能提高延胡索水煎液中总生物碱的含量, 米泔水制优于醋制, 电位滴定法更适合其总生物碱含量的测定。

关键词 延胡索; 炮制; 总生物碱

中图分类号 S567.23+9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)15-06984-02

Determination on the Content of Alkaloid in the Decoction Solutions of Two Differently Processed Products of *Corydalis yanhusuo*
LIANG Xiao-hua et al (Department of Chemistry and Life Science, Chuxiong Normal University, Chuxiong, Yunnan 675000)

Abstract [Objective] The study aimed to provide theoretical basis for processing *Corydalis yanhusuo* and controlling the quality of its prepared slices. [Method] The contents of total alkaloid in the water decoctions of *C. yanhusuo* and its two differently processed products were determined by acid-base titration and potentiometric titration resp. and their determination results were analyzed and compared. [Result] The determination by acid-base titration showed that the average contents of total alkaloid in the sample solution of *C. yanhusuo* and its processed products by vinegar and rice water was 0.114 7%, 0.191 3% and 0.240 9% resp., their mean recoveries were 101.24%, 100.96% and 101.58% resp. and their RSD were 3.51%, 3.51% and 3.53% resp. The determination by potentiometric titration showed that the average contents of total alkaloid in the sample solution of *C. yanhusuo* and its processed products by vinegar and rice water was 0.129 5%, 0.207 6% and 0.727 9% resp., their mean recoveries were 94.58%, 96.59% and 97.61% resp. and their RSD were 1.78%, 1.77% and 1.74% resp. [Conclusion] The contents of total alkaloid in the water decoctions of *C. yanhusuo* could be increased by processing. Processing by rice water was better than processing by vinegar and the potentiometric titration was more suitable for determining its content of total alkaloid.

Key words *Corydalis yanhusuo*; Processing; Total alkaloid

延胡索始载于唐《本草拾遗》,谓:“延胡索生奚国,从安东来,根如半夏色黄。”宋代《开宝本草》云:“根如半夏,色黄”。《本草纲目》谓:“今二茅山西上龙洞种之,每年寒露后栽,立春后生苗,叶如竹叶样,三月长三寸高,根丛生如芋卵样,立夏掘起。”据文献记载,自明代以来,关内地区所用者,多为江浙一带所栽培的延胡索,至今仍为延胡索正品,其形态与《本草纲目》、《植物名实图考》附图相符。中药延胡索为罂粟科(Papaveraceae)紫堇属(*Corydalis*)植物延胡索(*Corydalis yanhusuo* W.T. Wang)的干燥块茎,又名元胡、玄胡,味辛、苦、温,归肝脾经,活血、利气、止痛,用于胸痛、腕腹疼痛、经闭痛经、产后瘀阻、跌打肿痛。延胡索含多种生物碱。药理试验证明,延胡索总生物碱、延胡索甲素、乙素、丑素均有较强的镇痛作用,尤以乙素镇痛作用最强。但游离生物碱难溶于水,经醋炙后,其生物碱与醋酸结合成易溶于水的醋酸盐,煎煮时易溶出,从而更好地发挥药效。这也与传统认为醋制入肝经,增强其疏肝止痛作用相吻合,故处方多用醋制品。但其炮制方法与工艺在全国各地有较大不同,不利于饮片质量的控制^[1]。

1 材料与方

1.1 材料

1.1.1 供试材料。延胡索干品购买于楚雄市中药材店。

(1) 延胡索生品。用清水将延胡索洗净,去掉污水,加入清水,稍加浸泡。然后将延胡索取出,沥干余水。再闷一下,

每日翻动1次,至透心为止。为了尽快透心,在翻动的同时,要结合淋水。闷透后取出,再切片。用烤箱烤干,并用粉碎机粉碎备用。

(2) 米泔水制延胡索。将延胡索洗净后,倒掉污水。放入米泔水浸泡半天至1d取出,用清水冲洗至无泔水气味后,放入瓶中,闷2~3d,切成薄片,烘干后用粉碎机粉碎备用。

(3) 醋制延胡索。先将延胡索洗净后水浸润一下,直至透心为止。放入锅中炒热,按质量比延胡索醋为10:1拌炒,至醋干后取出,冷却后用粉碎机粉碎备用。

1.1.2 仪器与试剂。PHS-3C型数字酸度计(上海鹏顺科学仪器有限公司);DFY-500型500g摇摆式高速中药粉碎机(温岭市林大机械有限公司);EL204型电子天平(梅特勒托利多仪器(上海)有限公司)。试验中所用试剂硫酸、醋酸、氨水、氯仿均为分析纯。

1.2 方法

1.2.1 样品液的制备^[2-3]。精密称取延胡索生品、醋制延胡索和米泔水制延胡索粉各10g,分别置于500ml烧杯中,加水200~100ml煎煮2次,每次煮沸20min,用脱脂棉过滤,加氨水调pH值至10以上,移入250ml分液漏斗中,用氯仿萃取至无生物碱反应,合并萃取液,加20ml蒸馏水洗涤,再用5ml氯仿洗涤水层,合并氯仿。加无水硫酸钠3g脱水后,回收氯仿至小体积,转入10ml容量瓶中,加氯仿至刻度,备用。

1.2.2 总生物碱含量的测定。

1.2.2.1 酸碱滴定法。精密吸取上述样品液各5ml,分别置于100ml锥形瓶中水浴挥去氯仿,加氯仿2ml溶解残渣,加0.01mol/L硫酸20ml,水浴挥去氯仿,加甲基红-溴甲酚绿指示剂2滴,用0.02mol/L氢氧化钠液滴定,终点由红色变为绿色。

基金项目 国家自然科学基金项目(30760040)。

作者简介 梁晓华(1964-),女,云南楚雄人,副教授,从事植物生理及植物有效成分分析研究。* 通讯作者,博士,教授,
E-mail: cxtown@cxct.edu.cn。

收稿日期 2009-02-27

1.2.2.2 电位滴定法^[4]。精密吸取上述样品液各5 ml, 分别置于100 ml 的烧杯中, 精确加入0.04 ml/L 硫酸溶液20 ml, 置水浴上温热, 除去氯仿, 室温下放冷, 用笔式pH 计指示pH 值, 以0.02 ml/L 氢氧化钠标准液滴定, pH 值5.1 为滴定终点。

1.2.2.3 计算方法。总生物碱含量以延胡索乙素(C₂₁H₂₅NO₄) 计算, 1 ml 0.04 ml/L 硫酸溶液相当于7.108 4 ng 延胡索乙素。

1.2.3 加样回收率试验。分别取已知含量的延胡索生品、醋制延胡索和米泔水制延胡索粉各6 份, 每份约0.5 g, 分别加入与延胡索生品、醋制延胡索和米泔水制延胡索粉相等的

延胡索乙素标准品, 通过酸碱滴定法和电位滴定法测定总生物碱含量, 计算回收率。

2 结果与分析

2.1 延胡索生品及2 种炮制品中总生物碱含量的测定 精密吸取延胡索生品、醋制延胡索和米泔水制延胡索样品液各5 ml, 每种样品液设3 个组, 分别用酸碱滴定法和电位滴定法进行测定, 取其平均值。由表1 可知, 与延胡索生品相比, 延胡索经米泔水制和醋制后能提高水煎液中总生物碱含量, 并且米泔水制比醋制的总生物碱含量高。

表1 延胡索生品及2 种炮制品中总生物碱含量

Table 1 Total alkaloid content of crude funitory samples and two kinds of roasted samples of *Corydalis yanhusuo* %

处理 Treatment	酸碱滴定法 Acid-alkali titration method				电位滴定法 Potentiometric titration method			
	1	2	3	平均含量 Average content	1	2	3	平均含量 Average content
生品 Crude samples	0.105 6	0.123 8	0.123 8	0.117 7	0.124 2	0.131 6	0.132 6	0.129 5
米泔水制 Samples processed with rice washed water	0.226 5	0.248 4	0.248 0	0.240 9	0.236 5	0.245 8	0.245 6	0.227 9
醋制 Samples processed with vinegar	0.198 5	0.184 0	0.184 7	0.191 3	0.212 3	0.206 8	0.203 8	0.207 6

2.2 加样回收率试验 取已知含量的延胡索生品、醋制延胡索和米泔水制延胡索粉各6 份, 精密称定, 分别加入与延胡索粉中质量相等的延胡索乙素, 以酸碱滴定法和电位滴定法测定总生物碱含量, 通过测得量、原有量和加入标准品量计算回收率。由表2 可知, 酸碱滴定法平均回收率的 RSD > 3%, 而电位滴定法的 RSD < 2%, 表明电位滴定法的测定结果更加准确。

表2 加样回收率试验结果

Table 2 The results of addition recovery test %

处理 Treatment	酸碱滴定法 Acid-alkali titration method		电位滴定法 Potentiometric titration method	
	平均回收率 Average recovery rate	RSD	平均回收率 Average recovery rate	RSD
	生品 Crude samples	101.24	3.51	94.58
米泔水制 Samples processed with rice-washed water	101.58	3.53	97.61	1.74
醋制 Samples processed with vinegar	100.96	3.51	96.59	1.77

3 讨论

延胡索是临床常用中药, 通常用其炮制品, 镇痛成分为

生物碱, 游离生物碱难溶于水。该试验采用米泔水制和醋制2 种方法测定延胡索及其炮制品中总生物碱的含量, 比较了延胡索炮制前后生物碱的含量变化, 结果表明: 与延胡索生品相比, 延胡索经米泔水制和醋制后能提高其水煎液中总生物碱含量; 在延胡索炮制过程中, 米泔水制比醋制的生物碱含量高。

对于总生物碱测定方法, 文献报道有多种^[5-6]。碱滴定法简便, 结果偏差大; 两相滴定法氯仿层易与水层发生乳化现象, 终点难观察; 非水滴定法因提取物本身色素干扰, 终点颜色变化不明显; 电位滴定法终点易确定, 不受颜色干扰。该试验利用酸碱滴定法与电位滴定法对比, 发现前者指示剂变色范围大, 滴定终点时溶液pH 值相差较大(同时利用pH 计指示), 造成结果不稳定, 变异系数大, 故以电位滴定法为佳。

参考文献

- [1] 张华, 张学兰. 延胡索炮制现代研究[J]. 山东中医药大学学报, 2001, 25(2): 64-65.
- [2] 杨雄志, 曹岚. 醋制延胡索新工艺的研究[J]. 中药材, 2007, 30(3): 276.
- [3] 沙世炎, 徐礼, 严敏如, 等. 中草药有效成分分析法 上册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1982.
- [4] 张丽筑, 朱珠, 郝小燕. 延胡索生物总碱两种提取方法的比较[J]. 贵阳医学院学报, 2006, 31(3): 280.
- [5] 窦志英, 孙巍. 不同炮制方法对延胡索中延胡索乙素含量的影响[J]. 天津中医药大学学报, 2006, 25(3): 186-187.
- [6] 朱秀华, 蒋松美. 延胡索炮制方法对总生物碱含量影响[J]. 浙江中医学院学报, 1999, 23(2): 47.

proery[J]. Chromosoma, 1997, 105: 342-348.

- [30] TAKAHASHI C, LEITCHI J, RYANA, et al. The use of genomic in situ hybridization (GISH) to show transmission of recombinant chromosomes by a partially fertile bigenetic hybrid, *Gasteria lutzii* × *Aloe aristata* (Aloaceae), to its
- [31] BEERS CARLA M, RODRIGO BARBA GONZALEZ, ALEX A VAN SILFHOUT, et al. Mitotic and meiotic polyploidization in lily hybrids for transferring Botrytis resistance. poster IXth international symposium on flower bulbs [J]. Acta Hort, 2005, 673: 449-452.

(上接第6956 页)

- [30] TAKAHASHI C, LEITCHI J, RYANA, et al. The use of genomic in situ hybridization (GISH) to show transmission of recombinant chromosomes by a partially fertile bigenetic hybrid, *Gasteria lutzii* × *Aloe aristata* (Aloaceae), to its