

鸡冠花炒炭后糠酸的变化研究

包贝华, 张 丽, 姚卫峰, 朱 琼

南京中医药大学药学院, 江苏 南京 210046

摘 要: 目的 考察鸡冠花炮制前后糠酸的变化。方法 采用 HPLC 法对炮制后出现的糠酸进行测定。结果 10 批鸡冠花生品未检出糠酸, 而经过炮制的鸡冠花炭中糠酸的量在 69.83~181.00 $\mu\text{g/g}$ 。结论 鸡冠花炮制后, 糠酸的量均有不同程度的增加。

关键词: 鸡冠花; 鸡冠花炭; 糠酸; 炮制; HPLC

中图分类号: R283.1; R286.02 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2011)12-2462-03

Changes of 2-furoic acid in *Celosia cristata* after carbon-fried processing

BAO Bei-hua, ZHANG Li, YAO Wei-feng, ZHU Qiong

College of Pharmacy, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210046, China

Key words: *Celosiae Cristatae Flos*; *Celosiae Cristatae Carbonisata*; 2-furoic acid; processing; HPLC

鸡冠花 *Celosia cristata* L. 属于苋科青葙属一年生草本植物, 原产于印度, 原名为波罗奢花, 又名热带菠菜。中医学认为鸡冠花性味甘、涩, 凉, 归肝、肾、大肠经。主收敛止血、止带、止痢, 用于吐血、崩漏、便血、痔血、赤白带下、久痢不止等症^[1]。在研究鸡冠花炮制前后化学成分变化中发现, 鸡冠花经炮制后出现一生品中未见的成分。采用化学分离方法对炭品中此成分进行跟踪, 分离, 经化学分析和光谱解析鉴定为糠酸。研究表明糠酸能有效降低血清胆固醇, 血清三酰甘油和胆汁胆固醇水平, 直接影响细胞内相关酶的活性^[2-3], 糠酸及其酯也有一定抗肿瘤活性^[4]。糠酸的出现提示鸡冠花中原含有糖苷等成分经炒炭后高温分解, 故糠酸的量可为炮制工艺的选择和质量标准的制定提供一定的借鉴。本实验采用 HPLC 法测定了鸡冠花炒炭前后糠酸的量, 以为鸡冠花炮制机制研究提供一定的依据。

1 仪器与材料

Waters 2695 高效液相色谱仪, Waters 2996 二极管阵列检测器, Waters Empower Pro 色谱工作站(美国 Waters 公司); LIBROR AEL—40SM 电子分

析天平(日本岛津公司); 糠酸对照品(批号 111630-200301, 中国药品生物制品检定所), 其余试剂均为分析纯。

10 批鸡冠花药材分别购自安徽、河北、辽宁等地, 经笔者鉴定为鸡冠花 *Celosia cristata* L. 的干燥花序。依据《中国药典》2010 年版一部附录 II D 中的炒炭法, 将其炒至焦黑色, 制成 10 批鸡冠花炭饮片, 来源见表 1。

表 1 饮片来源

Table 1 Source of ten raw pieces

批号	产地	厂 家
ah-080417	安徽	安徽亳州永刚饮片厂有限公司
ah-080902	安徽	安徽亳州永刚饮片厂有限公司
hb-080813	河北	浙江中医药大学中药饮片厂
ln-080920	辽宁	大连市甘井子区凌水广生大药房
ah-090320	安徽	安徽亳州永刚饮片厂有限公司
ln-081001	辽宁	大连市甘井子区凌水广生大药房
js-080812	江苏	浙江中医药大学中药饮片厂
js-080122	江苏	河北康派中药饮片有限公司
ln-081005	辽宁	大连市甘井子区凌水广生大药房
hb-080811	河北	浙江中医药大学中药饮片厂

收稿日期: 2011-02-20

基金项目: 国家药典委员会资助项目(YD-060); 江苏省中医药局项目(LB09001)

作者简介: 包贝华(1978—), 男, 江苏句容市人, 硕士, 南京中医药大学药学院中药分析教研室讲师, 主要研究方向为中药分析及中药炮制。
Tel: (025)85811519 E-mail: baobh@njutcm.edu.cn

2 方法与结果

2.1 色谱条件

采用 Dikama 色谱柱(200 mm×4.6 mm, 5 μm),

流动相为甲醇-0.5%甲酸水(15:85), 检测波长 254 nm, 体积流量 1.0 mL/min, 柱温 30 ℃, 进样体积 20 μL。色谱图见图 1。

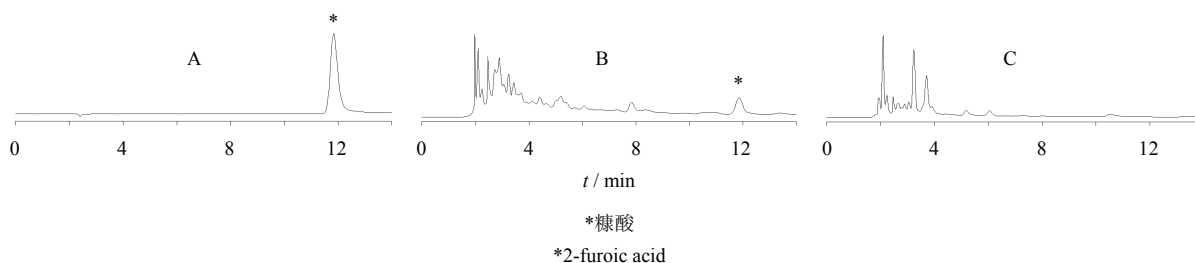


图1 糠酸对照品(A)、鸡冠花炭样品(B)、鸡冠花样品(C)的HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of 2-furoic acid reference substance (A), samples of *Celosiae Cristatae Carbonisata* (B) and *Celosiae Cristatae Flos* (C)

2.2 供试品溶液制备

取样品约 0.5 g, 精密称定, 置 50 mL 具塞锥形瓶中, 精密加入蒸馏水 10 mL, 称定质量, 超声提取(功率 500 W, 频率 40 kHz) 40 min, 冷却, 再称定质量, 以蒸馏水补足减失的质量, 滤过, 离心, 即得。

2.3 对照品溶液制备

精密称取糠酸对照品 11.16 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 得 1.116 mg/mL 糠酸对照品储备液; 精密量取对照品储备液 2.5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 得 55.80 μg/mL 糠酸对照品储备液。

2.4 线性关系考察

精密量取糠酸对照品储备液 0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、8.00 mL 置 10 mL 量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 得含糠酸 1.395、2.790、5.580、11.160、22.320、44.640 μg/mL 系列对照品溶液, 分别精密吸取上述对照品溶液各 10 μL, 注入高效液相色谱仪, 测定糠酸的峰面积。以质量浓度(X)为横坐标, 峰面积积分值(Y)为纵坐标, 进行线性回归, 得回归方程 $Y=48\,743.020 X-24\,439$, $r=0.999\,79$; 结果表明糠酸在 1.395~44.640 μg/mL 线性关系良好。

2.5 精密度试验

取 5.58 μg/mL 糠酸对照品溶液, 依法连续进样 6 次, 计算得糠酸峰面积的 RSD 为 0.81%。

2.6 稳定性试验

取批号 ah-090320 样品制备的供试品溶液, 分别于 0、2、4、8、10、12 h 进样测定, 计算得糠酸峰面积的 RSD 为 2.52%, 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.7 重现性试验

取批号 ah-090320 样品约 0.5 g, 精密称定, 共 6 份, 依法制备供试品溶液, 分别测定糠酸的量, 计算得糠酸质量分数的 RSD 为 2.28%。

2.8 加样回收率试验

取批号 ah-090320 鸡冠花炭样品粉末约 0.25 g, 共 6 份, 精密称定, 分别置 50 mL 具塞锥形瓶内, 各加入 27.90 μg/mL 糠酸对照品溶液 1.0 mL, 蒸馏水 9.0 mL, 其余同供试品溶液制备及测定法操作, 计算得糠酸平均回收率为 99.86%, RSD 为 0.61%。

2.9 样品测定

取上述 10 批鸡冠花及其炭品约 0.5 g, 精密称定, 依法制备供试品溶液, 测定糠酸的量。经 HPLC 测定, 鸡冠花生品中无糠酸对应的峰, 而鸡冠花炭中出现糠酸对应的峰, 将峰面积积分代入回归方程, 计算样品中糠酸的量, 结果见表 2。对 10 批鸡冠花生品及炭品中的糠酸进行测定, 结果发现 10 批鸡冠花生品中未检测到糠酸这一成分, 而经过炮制的鸡冠花炭品中糠酸的量均有不同程度的增加。

3 讨论

使用 Waters 的 PAD 检测器进行紫外区全波长扫描, 波长设置为 210~400 nm, 得到 3D-plot 图, 结果表明, 该条件下, 糠酸的最大吸收波长为 253.6 nm, 故选择 254 nm 作为糠酸定量测定的检测波长。

取样品粉末适量, 精密称定, 分别加入甲醇、蒸馏水, 采用不同提取方式(回流、索氏回流、超声), 考察提取时间及次数。结果表明采用蒸馏水超声提取 40 min, 样品中糠酸提取效率最高, 故以此作为样品的提取条件。

鸡冠花炭品中出现糠酸这一成分, 推测可能为

表2 鸡冠花炭样品测定结果 ($n=2$)Table 2 Determination of 2-furoic acid in *Celosiae Cristatae Carbonisata* samples ($n=2$)

批 号	糠酸/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	
	炮制前	炮制后
ah-080417	—	90.46
ah-080902	—	94.06
hb-080813	—	160.50
ln-080920	—	134.60
ah-090320	—	69.83
ln-081001	—	110.40
js-080812	—	146.60
js-080122	—	162.10
ln-081005	—	172.80
hb-080811	—	181.00

鸡冠花中原含有糖苷等成分经高温分解之后形成糠酸及苷元等成分,有文献报道其中的苷元槲皮素具有止血作用^[5],但鸡冠花炭品止血作用与其是否有关,有待进一步研究。实验发现,鸡冠花炮制时间越长,炮制温度越高,其外表焦褐色越深,同时,

糠酸的量也相应的升高。由此可见,炮制的温度与时间对糠酸的量影响较大,也意味着对其中糖苷类成分的分解有着一定的影响,故糠酸量的多少可为炮制工艺的选择和质量标准的制定提供一定的借鉴意义。在后续研究中,可以糠酸为参照,对其他糖苷类成分进行研究,以期进一步阐述鸡冠花及其炭品的止血作用机制。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] Hall I H, Williams W L, Rhyne K A, *et al.* The hypolipidemic activity of furoic acid and furylacrylic acid derivatives in rodents [J]. *Pharm Res*, 1985, 2(5): 233-238.
- [3] Hall I H, Wong O T, Reynolds D J, *et al.* The hypolipidemic effects of 2-furoic acid in Sprague-Dawley rats [J]. *Arch Pharm*, 1993, 326(1): 15-23.
- [4] Sajadi Z, Abrishami M M, Chapman J M, *et al.* Synthesis and evaluation of the antitumor properties of esters of 2-furoic acid and 2-furylacrylic acid [J]. *J Pharm Sci*, 1984, 73(2): 266-267.
- [5] 孙立立, 杨书斌, 江 波, 等. 炮制对侧柏叶化学成分的影响 [J]. *中成药*, 2006, 28(6): 821-823.