

# 中药丹皮木心药用价值研究——芍药甙的

## 定性鉴别和含量测定

浙江省中医药研究院(杭州310007) · 李益福\* 李 践 章建民

**摘要** 通过对芍药甙的定性鉴别和含量测定,证实木心同丹皮一样含有芍药甙活性成分,显色反应相同,TLC图谱相似。HPLC法测试芍药甙含量,丹皮中含芍药甙为1.5741%,木心中为1.2902%,经统计学处理,两者无显著性差异, $t=2.002$ , $t(4)0.05=2.776$ , $P>0.05$ 。

**关键词** 丹皮 丹皮木心 芍药甙 含量测定

牡丹皮*Paeonia suffruticosa* Andr,载于《神农本草经》列为中品,是常用的清热凉血、活血化瘀的药物。丹皮炮制最早见于我国梁代陶宏景所撰的《集注》中,认为:“皆槌破、去心”。《雷公炮炙论》、《本草纲目》等中药专著中记载“丹皮木心不入药,需去之”。随着对牡丹皮研究不断深入,对木心的有效成分和药用价值开展了研究。芍药甙(paeoniflorin)是牡丹皮中主要活性成分之一,具有镇痛、镇痉、镇静、抗炎等作用。通过显色反应和薄层层析以及高效液相色谱法,对根皮木心中芍药甙进行定性分析和含量测定。

### 1 样品的采集

样品采集于安徽铜陵凤凰山的牡丹鲜根,原植物经寿秉荣同志鉴定,为毛茛科芍药属植物牡丹*P.suffruticosa* Andr的根。将牡丹鲜根收集后洗净,用木槌击破根皮,分离根皮和木心,进行自然干燥,粉碎过20目筛,粉末置 $P_2O_5$ 干燥器中干燥,作为测试用的样品。

### 2 定性分析

2.1 芍药甙显色反应:取根皮和木心样品各1g,分别加乙醚20ml加热回流10min,取回流液10ml在水浴上蒸干,各加乙酸酐1ml,滴入浓硫酸4~5滴,观察结果,根皮和木心提取物都出现先显黄色后转为红色,最后显紫绿色。显色的速度和色泽相同。

#### 2.2 薄层层析

2.2.1 材料:试剂均为分析纯,硅胶G(青岛海洋化工厂),芍药甙对照品(中国药品生物制品检定所)。

2.2.2 样品液制备:精确称取根皮和木心样品各2g,分别用甲醇150ml置于沙氏提取器内提取7h,取甲醇液置水浴上减压回收甲醇,残液置于50ml容量瓶中加甲醇至刻度。

2.2.3 对照液制备:取芍药甙对照品5mg置5ml容量瓶内,用甲醇溶解并加甲醇至刻度。

2.2.4 薄层板制备:按0.5%比例称取CMC-Na溶于蒸馏水中,待全部溶解,取硅胶G5g加0.5%CMC-Na 15ml制成均匀的糊状,用制板机制成 $10\times 20\text{cm}$ 、厚0.3mm薄板,晾干后经 $110^\circ\text{C}$ 活化1h,置干燥器中备用。

2.2.5 展开剂:a)正丁醇-冰醋酸-水(7:1:2)。b)氯仿-甲醇-乙酸乙酯(4:1:0.5)。

显色剂:a)10%硫酸溶液。b)茴香醛0.5ml,甲醇8ml,浓硫酸1.5ml。

2.2.6 薄层层析:用定容毛细管分别取根皮和木心的样品液以及芍药甙对照液各 $10\mu\text{l}$ 分别点在同一块薄层板上,芍药甙为对照,在氨蒸气饱和和下,用a)展开剂,上行展开至15cm,

\*Address: Li Yifu, Zhejiang Provincial College of Traditional Chinese Medical and  
Materia Medica, Hangzhou

取出挥干, 喷上a) 显色剂, 置105℃ 恒温干燥箱中10min, 对照液色谱相应的位置上出现相同颜色的斑点。如图1。

用b)展开剂展开, 取出晾干, 喷上b) 显色剂, 置90℃ 恒温干燥箱中5min, 根皮和木心供试液色谱中, 在与对照液色谱相应的位置上出现相同颜色的斑点。如图1。

### 3 用HPLC法测试芍药甙的含量

3.1 测定条件: 仪器: 高效液相色谱仪 Radial-Pak、C<sub>18</sub> 反相柱 8×100mm。424型可调紫外检测器, 745B型数据处理机, UV-265紫外分光光度计。

色谱条件: 流动相A=20%醋酸液, B=乙腈, 由梯度控制器控制, A-B(80:20)。流速1ml/min, 纸速0.25mm/min, 波长254nm。

3.2 标准液制备: 精确称取芍药甙对照品10mg置于10ml容量瓶中, 用甲醇溶解并定容。

3.3 保留时间确定: 标样1ml确定其保留时间。结果芍药甙为6.90min。

3.4 标样曲线的绘制: 分别进样1、1.5、3μg, 浓度为(X)横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标, 用UV-256绘制曲线。如图2。

3.5 重现性试验: 每次进标样量1.650μg 重变5次, 结果 $\bar{X}$  = 1.657%, S = 0.026。CV = 1.58%。

3.6 回收率试验: 先测出5个样品浓度, 然后每个样品加标样1μg, 再测其浓度, 计算回收率, 结果 $\bar{X}$  = 99.992%, S = 1.339, CV = 4%。

3.7 样品液制备: 精确称取根皮样品1.037、0.9818、0.9834g, 木心样品1.0016、

0.9872、1.0324g, 分别加甲醇200ml, 用沙氏提取器置水浴上(75~85℃) 提取7h, 取提取液过滤, 减压回收甲醇, 将残液移入10ml容量瓶中, 用甲醇定容。

3.8 含量测定: 样品液每次进样为1μl, 测定结果根皮中、木心中含芍药甙量见表。

表 样品中芍药甙的含量

| 根皮样品               | 测定值μg/μg      | 报告值g/100g  | 木心样品               | 测定值μg/μg      | 报告值g/100g  |
|--------------------|---------------|------------|--------------------|---------------|------------|
| 1                  | 1.3847/103.07 | 1.3435     | 1                  | 1.4170/100.16 | 1.4147     |
| 2                  | 1.7138/ 98.18 | 1.7456     | 2                  | 1.1530/ 98.72 | 1.1530     |
| 3                  | 1.6060/ 98.34 | 1.6060     | 3                  | 1.345/103.24  | 1.3028     |
| $\bar{x}$ = 1.5731 |               | s = 0.2075 | $\bar{x}$ = 1.2902 |               | s = 0.1313 |

### 4 小结

根皮和木心中含芍药甙的量, 经统计学处理两者无显著性差异,  $t = 2.002$ ,  $t_{(4)0.05} = 2.776$ ,  $P > 0.05$ 。  
(1993-11-18稿)

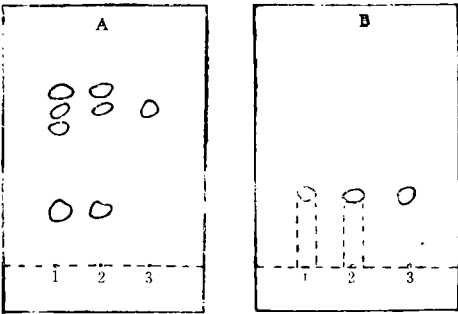


图1 芍药甙TLC图

1-根皮 2-木心 3-芍药甙 A-展开剂a B-展开剂b

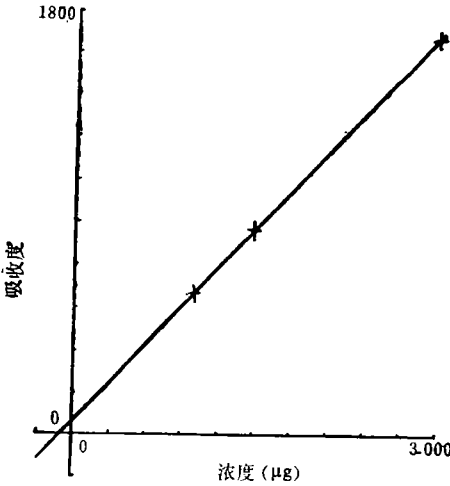


图2 标准曲线图