

益母草中阿魏酸的色谱鉴别

秦雪梅,郝旭亮,周迎春,贺建江*

(山西医科大学药学院,山西太原 030001)

摘要:目的 鉴别益母草中是否含阿魏酸。方法 采用薄层色谱法和高效液相色谱法鉴别不同提取溶剂制备的样品。结果 从益母草中能检出阿魏酸。结论 益母草中可能含游离的阿魏酸,以 5% Na_2CO_3 溶液替代药典中的甲醇提取,方法简化,稳定性高,重现性好。

关键词: 益母草;阿魏酸;TLC;HPLC

中图分类号: R282.710.3 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)05-0447-03

Identification of ferulic acid in herb *Leonurus artemisia* by TLC and HPLC

QIN Xue-mei, HAO Xu-liang, ZHOU Ying-chun, HE Jian-jiang

(College of Pharmacy, Shanxi University of Medical Sciences, Taiyuan Shanxi 030001, China)

Abstract Object To examine if *Leonurus artemisia* (Lour.) S. Y. Hu (Labiatae) contains ferulic acid. **Methods** The samples were extracted by different solvents and the extracts examined by TLC and HPLC. **Results** Ferulic acid was detectable in the extracts of *L. artemisia*. **Conclusion** *L. artemisia* possibly contains free ferulic acid. The use of 5% Na_2CO_3 as the extractant instead of methanol, as described in Chinese Pharmacopoeia seemed to be more simple, highly stable and with good reproducibility.

Key words *Leonurus artemisia* (Lour.) S. Y. Hu; ferulic acid; TLC; HPLC

益母草具活血调经、祛瘀生新之效,为妇科经产诸证之要药,主要活性成分为生物碱^[1];当归具补血活血、调经止痛、润肠通便之功,也为妇科要药,其水溶性活性成分阿魏酸具兴奋子宫作用^[2];两药常配伍同用。我们研制的新药宫瘀净胶囊,由黄芪、当归、益母草、炮姜等组成,用于防治药物流产后阴道出血期长等副反应。在质量研究时,发现当归中阿魏酸的薄层鉴别存在阴性干扰,经分别研究双阴性样品的薄层色谱,发现益母草是阿魏酸鉴别的阴性干扰因素。但文献未曾报道益母草中含阿魏酸^[1,3]。本文采用薄层色谱和高效液相色谱法研究益母草中是否含有阿魏酸成分,现报道如下。

1 仪器与试药

美国 SP-8800 高效液相色谱仪,SPUV-200 型检测仪,SP4 400 型积分仪。三用紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂),阿魏酸对照品(中国药品生物检定所),乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

益母草药材购于太原药材公司,经鉴定为药典收载品。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 对照品溶液的制备:精密称取阿魏酸对照品 5.05 mg,加甲醇定容于 5 mL 量瓶中,制得 1.01 mg/mL 的对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备:取益母草药材 14 g,加水煎煮两次,滤过,滤液浓缩至 1:1,得益母草浓缩液。

分别取益母草药材粉末 20 g 和上述益母草煎液,按药典^[4]方法,各加甲醇 40 mL,超声处理 40 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水约 50 mL 溶解,转移至分液漏斗中,乙醚提取 3 次(20, 15, 15 mL),合并乙醚液,用 2% 碳酸钠溶液提取 3 次,每次 15 mL,弃去乙醚液,碱液用乙酸乙酯 15 mL 洗涤,弃去乙酸乙酯,碱液用盐酸调节 pH 值至 2~3,用苯 15 mL 洗涤,弃去苯液,用乙醚提取 3 次,每次 15 mL,合并乙醚液,挥去乙醚,残渣加甲醇 1 mL 溶解,作为供试品溶液 A(煎液)和 B(药材)。

分别取益母草药材粉末 2 g 和上述益母草煎液,按文献^[5]方法,加 5% 碳酸钠溶液 40 mL,超声处理 40 min,滤过,滤液加乙醚洗涤 2 次,每次 20

* 收稿日期: 2000-06-12

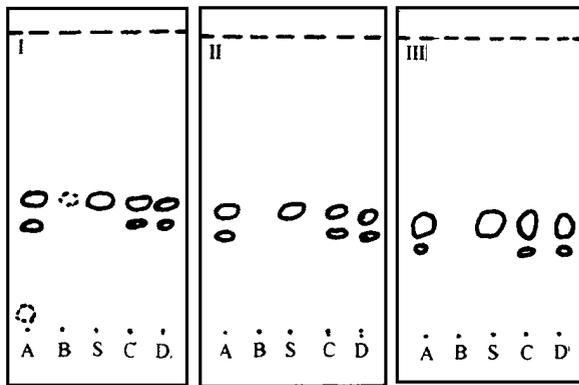
基金项目: 山西省科技攻关项目,编号: 963221

作者简介: 秦雪梅(1964-),女,四川蓬溪县人,硕士,毕业于中国科学院新疆生土所。现在山西医科大学药学院任教,副教授。研究方向生药学。主要科研成果: 降脂通脉颗粒的研制(中药保健新药);宫瘀净胶囊的研制(三类中药新药);中药水提液澄清技术研究等。Tel (0351) 4135471

mL, 弃去乙醚液。水相用盐酸调 pH 值 1~2, 用乙醚提取 3 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 1 mL 溶解, 作为供试品溶液 C(煎液)和 D(药材)。

2.1.3 薄层层析 I^[4]: 吸取供试品溶液 A, B, C, D 各 20 μL, 对照品溶液 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-冰醋酸-甲酸 (30: 1: 3) 为展开剂, 在 20℃ 以下展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365 nm) 下检视, 供试品 A, C, D 的色谱在与对照品色谱相应位置上, 显相同的深蓝色荧光斑点, 供试品 B 的色谱在与对照品色谱相应位置, 只能观察到极微弱的荧光斑点。薄层图谱见图 1F (实线示斑点清晰可见, 虚线示斑点不明显)。

2.1.4 薄层层析 II^[6]: 吸取供试品溶液 A, B, C, D 各 20 μL, 对照品溶液 5 μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-甲酸乙酯-甲酸 (6: 3.5: 0.5) 为展开剂, 在 20℃ 以下展开, 取出, 晾干。置紫外光灯 (365 nm) 下检视, 供试品 A, C, D 色谱中与对照品色谱相应位置, 显相同的深蓝色荧光斑点, 供试品 B 色谱中与对照品色谱相应位置, 无相同的深蓝色荧光斑点, 薄层图谱见图 1H; 再喷以 2% 三氯化铁的 50% 乙醇液与 2% 铁氰化钾的 50% 乙醇液, 用前等量混合, 供试品 A, C, D 色谱中与对照品色谱相应位置, 显相同的蓝色斑点, 供试品 B 无蓝色斑点。薄层图谱见图 1HI。



S 阿魏酸对照品

图 1 薄层图谱

2.2 高效液相色谱鉴别^[5]

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密量取 2.1.1 配制的阿魏酸对照品溶液 2 mL 于 100 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度为 2.02 μg/mL 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取益母草药材粉末 2 g, 精密称量, 加 5% 碳酸钠溶液 40 mL, 超声处理 40

min, 滤过, 滤液加乙醚洗涤 2 次, 每次 20 mL, 弃去乙醚液, 水相用盐酸调 pH 值 1~2, 用乙醚提取 3 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解, 并定容于 100 mL 量瓶中, 得供试品溶液。

2.2.3 色谱条件: 按文献^[5]的条件, ALLTIMAC18 不锈钢柱 (250 mm × 4.6 mm); 流动相: 甲醇-乙腈-1% 冰乙酸水溶液 (1: 1: 5); 流速 1 mL/min; 检测波长 313 nm; 量程: 0.1 AUFS。

2.2.4 高效液相色谱分析: 用 0.45 μm 滤膜滤过上述对照品和供试品溶液, 分别取滤液 10 μL 进样, 按上述色谱条件分析, 分析图谱见图 2, 结果在样品色谱图中存在阿魏酸峰。

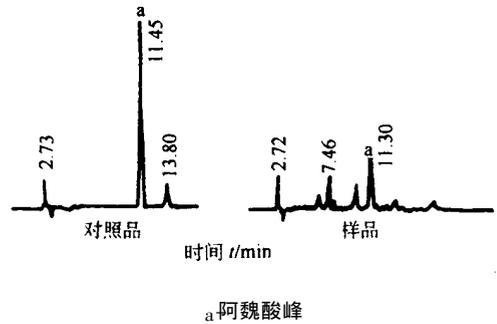


图 2 高效液相色谱图

3 讨论

3.1 采用薄层层析和高效液相色谱法均从益母草中检出阿魏酸, 表明中药益母草中可能存在游离的阿魏酸成分。

3.2 用甲醇分别提取益母草生粉和煎液, 能明显从煎液中检出阿魏酸, 但从生粉供试品中几乎不能检出阿魏酸斑点, 文献报道^[5]阿魏酸在甲醇溶液中不稳定, 且对光照敏感^[6], 降解较快。本实验结果表明: 阿魏酸在高浓度的甲醇溶液中同时受光照时不稳定。采用 50% 甲醇溶液作溶剂制备液相供试品, 可降低阿魏酸的降解速度; 用甲醇溶液配制的阿魏酸对照品溶液或供试品溶液, 宜避光保存于 0℃~4℃ 的冰箱中。

3.3 以 5% 碳酸钠溶液超声处理样品, 调节酸碱性后, 再用乙醚洗涤、提取, 与药典法相比, 明显简化了操作, 既排除了杂质干扰, 又增加了阿魏酸的稳定性, 方法快速灵敏, 重现性好。

致谢: 本文承蒙山西省药品检验所王常铭老师指导, 在此致谢!

参考文献:

[1] 晁志, 周秀佳. 益母草类中药的研究概况和进展 [J]. 中草药, 1998, 29 (6): 414-417.
 [2] 蒋建勒, 梁敬钰, 杭亚军. 四妙勇安汤中阿魏酸的含量分析 [J]. 中草药, 1998, 29 (9): 592-594.

- [3] 陈济民. 益母草研究概况 [J]. 沈阳药学院学报, 1991, 8(4): 296-298.
 [4] 中国药典 [S]. 1995年版. (一部).
 [5] 戴忠, 钱忠直, 侯钦云. HPLC法测定坤顺助孕丹胶囊中阿

- 魏酸的含量 [J]. 中成药, 1997, 19(7): 9.
 [6] 王宝. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.

甘肃马先蒿属药用植物资源调查

冯虎元^{1,2}, 安黎哲^{1,2}, 王勋陵^{2*}

(1. 中国科学院兰州寒区旱区环境与工程研究所 冻土工程国家重点实验室, 甘肃 兰州 730000; 2. 兰州大学生命科学院, 甘肃 兰州 730000)

摘要:目的 调查甘肃马先蒿属 (*Pedicularis* L.) 药用植物资源, 为该属植物的资源开发和利用提供依据。方法 结合多年野外实地调查、标本采集、标本鉴定和文献资料。结果 初步研究, 甘肃省有 24 种 (含种下等级) 药用马先蒿属植物, 记述了它们在省内分布、生境和药用价值, 并编写了分种检索表。结论 甘肃省马先蒿属药用植物资源较为丰富, 可以开发和利用。

关键词: 马先蒿属; 药用植物; 资源调查; 甘肃

中图分类号: S567 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2001)05-0449-03

Investigation on resources of medicinal plants *Pedicularis* L. in Gansu Province

FEN G Hu-yuan¹, AN Li-zhe¹, WANG Xun-ling²

(1. State Key Laboratory of Frozen Soil Engineering, Lanzhou Institute of Glaciology and Geocryology, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou Gansu 730000, China; 2. School of Life Sciences, Lanzhou University, Lanzhou Gansu 730000, China)

Abstract Object To investigate the resource of *Pedicularis* L. distributed in Gansu Province to provide data for their exploitation. **Methods** Field investigation, sample collecting and literature review are carried out. **Results** There are 24 medicinal plants (including subspecies, varieties and forms) of *Pedicularis* L. in this province. In addition, their distribution, habitat and medicinal value were suggested, and a taxonomic key was compiled. **Conclusion** Resource of this genus in Gansu Province was rather abundant and may be rationally exploited.

Key words *Pedicularis* L.; medicinal plants; resource investigation; Gansu Province

马先蒿属 (*Pedicularis* L.) 是玄参科 (Scrophulariaceae) 中最大的属, 约 500 余种, 主产北半球, 多数分布于寒温带及高山上^[1]。我国青藏高原是该属的起源中心和演化中心, 国产 340 多种, 主产西南山区和西北地区, 生于草甸、草地上, 潮湿的灌丛、疏林下, 沟边、河滩旁, 砾石、岩缝中, 是高山、高寒植被中的常见伴生种类^[1]。甘肃产马先蒿属植物 53 种、7 亚种、6 变种和 1 变型^[2]。主要分布在青藏高原东缘的甘南藏族自治州、河西走廊的祁连山区、白龙江流域为主的陇南地区、秦岭西端的小陇山区和兴隆山、马街山等地。陇东、陇中黄土高原各地, 白银及河西走廊的干旱和半干旱地区分布较少^[2]。该属植物地理分布范围较广, 种类丰富, 资源蕴藏量大, 具有较

大的开发潜力。化学和药理分析表明, 马先蒿属植物普遍含有大量的苯丙素苷和环烯醚萜苷, 以及少量的木脂素苷和蜕皮甾酮, 个别种类含有倍半萜, 有些种类具有抗癌活性成分。因此, 在药物资源开发方面有一定的价值。事实上, 《本草纲目》中把马先蒿当中品入药, 《晶珠本草》(藏药经典) 以中、下品入药^[3-5]。尤其在藏药和蒙药中应用较多。民间俗称“土人参”、“白条参”、“黑参”等, 有“清热解毒、祛湿利水、愈疮固精、滋补”等功能, 主治肝病、胆病、关节炎和食物中毒等^[3-7]。本文在多年野外调查、室内标本鉴定和查阅相关资料的基础上, 初步整理出甘肃产马先蒿属药用植物, 并查清了它们的分布、生境和药用价值, 为药用植物资源的开发提供基础资料。

* 收稿日期: 2000-04-26

基金项目: 中国科学院兰州寒区旱区环境与工程研究所天山站王宽诚优秀博士后和中国博士后基金资助。

作者简介: 冯虎元 (1967-), 甘肃天水人, 讲师, 博士, 从事环境植物学和植物资源的研究。Tel (0931) 8760175 E-mail: fenghy@Lzu.edu.cn