

# HPLC 法测定川芎中阿魏酸和香草醛的含量

王铁杰<sup>1</sup>, 曹 阳<sup>2</sup>, 王 玉<sup>1</sup>, 杨 志<sup>1</sup>, 毕开顺<sup>2\*</sup>

(1. 深圳市药品检验所, 广东 深圳 518029; 2. 沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016)

川芎是我国广泛应用的传统中药之一,大量的药理实验证明,阿魏酸是川芎中的主要有效成分之一<sup>[1]</sup>。香草醛广泛应用于香料工业,此外有镇静和抗癫痫的作用,又称抗癩香素。文献报道阿魏酸的含量测定方法主要采用薄层扫描法<sup>[2,3]</sup>、高效液相法<sup>[4]</sup>和毛细管电泳法<sup>[5]</sup>。本实验采用反相高效液相色谱法测定川芎药材中阿魏酸含量,同时建立了香草醛的含量测定方法。

## 1 仪器与试剂

美国 Waters 高效液相色谱仪。包括 2695 泵, 2996 二极管阵列检测器, Empower 色谱工作站; 美国戴安公司 ASE200 快速溶剂萃取仪。阿魏酸(含量测定用, 中国药品生物制品检定所), 香草醛(熔点测定用 99.93%, 中国药品生物制品检定所), 甲醇(色谱纯), 重蒸馏水, 冰醋酸(分析纯), 乙醇(分析纯)。川芎为伞形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort. 的干燥根茎, 18 批川芎样品来源见表 1。经深圳市药品检验所杨志主任药师鉴定。

表 1 样品来源及其测定结果

Table 1 Determination result and origin of samples

样品编号	产地及规格	阿魏酸 /(mg·g <sup>-1</sup> )	香草醛 /(mg·g <sup>-1</sup> )
1	福建, 饮片	1.008 9	0.065 7
2	四川彭县, 药材	1.024 2	0.030 7
3	四川灌县, 饮片	0.813 9	0.047 0
4	四川灌县, 酒炙	0.244 1	0.066 2
5	四川, 饮片	0.245 9	0.010 6
6	四川崇庆县, 药材	1.831 5	0.064 0
7	云南, 药材	0.751 1	0.004 9
8	福建, 药材	0.574 1	0.059 1
9	湖南, 饮片	0.623 5	0.036 5
10	四川, 药材	0.925 4	0.052 2
11	重庆, 药材	1.429 9	0.049 1
12	重庆, 饮片	1.597 5	0.056 2
13	四川万县, 药材	1.545 8	0.043 4
14	四川万县, 饮片	1.463 3	0.093 0
15	四川灌县, 药材	0.931 6	0.058 4
16	云南, 饮片	0.535 0	0.025 3
17	贵州, 药材	0.918 5	0.006 8
18	贵州, 饮片	1.506 4	0.028 2

## 2 方法与结果

2.1 对照品溶液的配制: 精密称取阿魏酸对照品 14 mg, 香草醛对照品 5 mg, 分别用甲醇溶解并定容至 25 mL 量瓶中, 即得到对照品溶液。

2.2 供试品溶液的配制: 精密称取川芎 1 g, 用快速溶剂萃取仪提取。提取条件: 压力 1 500 psi, 温度 100 ℃, 静态萃取时间 15 min, 吹扫体积 60%, 冲洗时间 60 s, 循环 2 次。提取液浓缩至干, 加甲醇溶解, 置 25 mL 量瓶中定容至刻度, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 取续滤液进样。

2.3 色谱条件: Xterra ODS (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相为甲醇-0.05% 冰醋酸 (35:65), 体积流量 0.5 mL/min; 检测波长 310 nm; 柱温为室温; 定量方法用外标法。在上述色谱条件下, 阿魏酸和香草醛色谱峰与样品提取液中其他组份色谱峰的分离度均大于 1.5 (图 1)。

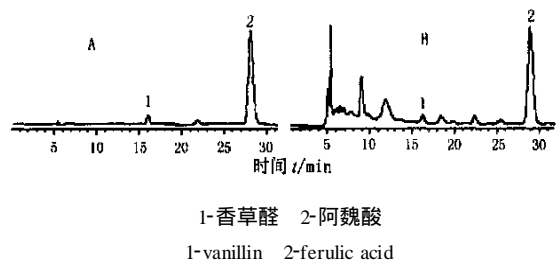


图 1 对照品(A)与样品(B)色谱图

Fig. 1 Chromatograms of reference substance (A) and sample (B)

2.4 线性关系: 精密吸取阿魏酸对照品溶液适量, 分别用甲醇溶解并配制成为 2.8、5.6、11.2、28、56、112、168 μg/mL 的对照品系列溶液, 微孔滤膜滤过, 按上述色谱条件, 各取 10 μL 进样, 以对照品峰面积为纵坐标 (Y), 对照品质量浓度为横坐标 (X), 绘制标准曲线, 计算回归方程:  $Y = 1.15 \times 10^8 X - 1.89 \times 10^4$ ,  $r = 0.999 9$ , 表明阿魏酸在 2.8 ~ 168 μg/mL 与峰面积呈线性关系。

精密吸取香草醛对照品溶液适量, 分别用甲醇溶解并配制成为 0.1、0.2、0.4、1.0、2.0、4.0、6.0 μg/

\* 收稿日期: 2003-11-11

作者简介: 王铁杰 (1965 - ), 女, 辽宁省铁岭人, 深圳市药品检验所副主任药师, 在读博士, 主要从事药品检验和中药材质量研究工作。  
Tel: (0755) 25874442 Fax: (0755) 82414207 E-mail: tietjie @163.net

mL 的对照品系列溶液,微孔滤膜滤过,按上述色谱条件,各取 10  $\mu$ L 进样,以对照品峰面积为纵坐标 ( $Y$ ),对照品质量浓度为横坐标 ( $X$ ),绘制标准曲线,计算回归方程:  $Y = 7.64 \times 10^7 X + 1.04 \times 10^3$ ,  $r = 0.9998$ ,表明香草醛在 0.1 ~ 6  $\mu$ g/mL 与峰面积呈线性关系。

2.5 精密度试验:取阿魏酸和香草醛对照品溶液,在上述色谱条件下重复进样 6 次,以峰面积计算,阿魏酸和香草醛的 RSD 分别为 0.91% 和 0.90%。

2.6 重现性试验:精密称取 1 g 川芎药材共 6 份,按含量测定方法测定,阿魏酸和香草醛含量 RSD 分别为 1.5% 和 2.1%。

2.7 稳定性试验:取阿魏酸和香草醛对照品溶液,室温放置,于 0、12、24、48、72 h 分别进样,按上述色谱条件分析,以峰面积计算阿魏酸和香草酸 RSD 分别为 3.1%、2.9%,表明阿魏酸和香草醛样品溶液至少在 72 h 内稳定。

2.8 回收率试验:精密称取 6 份已知含量样品(阿魏酸和香草醛分别为 0.9307、0.0587 mg/g)粉末 1 g,分别精密加入对照品溶液适量,按 2.2 项下操作。按含量测定方法测定总含量并计算回收率。阿魏酸平均回收率 99.3%,RSD = 2.7%;香草醛平均回收率 95.8%,RSD = 3.6%。

2.9 样品测定:分别取供试品溶液和对照品溶液,按上述方法测定,以外标法计算样品中阿魏酸和香草醛的含量。测定结果见表 1。

### 3 讨论

3.1 提取方法:快速溶剂萃取是在一定的温度

(50 ~ 200 )和压力(10.3 ~ 20.6 MPa)下采用适当溶剂对固体或半固体样品进行萃取的方法,由于其萃取温度高、时间短特别适用于中药中挥发油的提取。本试验采用 80%乙醇,萃取温度为 100 ,静态萃取时间为 15 min,循环次数为 2 次。该萃取方法快捷、方便、重现性好,符合含量测定要求。本方法可作为川芎中其他挥发性成分提取条件的参考。

3.2 检测波长:阿魏酸和香草醛在流动相中的最大吸收波长分别为 324 和 310 nm。两成分含量相差悬殊,选择含量较低的香草醛的最大吸收波长为含量测定波长,以提高香草醛的灵敏度,且阿魏酸在此波长下也能准确定量。

3.3 从上述测定的结果可知,不同规格、不同产地的川芎中阿魏酸和香草醛的含量有明显差别,说明生态环境、采收时间和储存条件等可能对川芎嗪的含量有影响。

#### References:

- [1] Xie Y S, Wang S D, Song B S, et al. Progress on pharmacological action of *Ligusticum chuanxiong* Hort. [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(3): 201.
- [2] Qian Fang, Yan E C. The determination of ferulic acid in *Ligusticum chuanxiong* Hort. by TLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1990, 12(4): 9.
- [3] Liu Y P, Li Z L, Zhong T M, et al. The determination of ferulic acid in different parts of *Ligusticum chuanxiong* Hort. by TLC [J]. *Chin J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1995, 20(1): 9.
- [4] Jia X F, Shi Y F, Huang Y P, et al. Improvement determination of ferulic acid in Danggui and Chuanxiong [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1998, 20(6): 37.
- [5] Chen Y, Yang X, Han F M, et al. Determination of ligustrazin and ferulic acid in *Chuanxiong Rhizome* by capillary electrophoresis [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1999, 34(9): 699.

## 紫丁香叶的生药鉴别

李洪玲<sup>1</sup>,王琪<sup>2</sup>,曾宪佳<sup>1</sup>,成玉怀<sup>2\*</sup>

(1. 石河子大学师范学院,新疆 石河子 832002; 2. 石河子大学药学院,新疆 石河子 832002)

紫丁香 *Syringa oblata* Lindl. 系木犀科丁香属灌木植物,其药用情况在《植物名实图考》中就有记载。主要用其叶,可清热解毒、利湿退黄,主治急性痢疾、黄疸性肝炎、火眼等<sup>[1]</sup>。近几年人们对紫丁香叶的化学成分进行了深入研究,从中提取分离并鉴定出 6 个单体化合物,利用 GC-MS 分析了紫丁香

叶中的挥发性化学成分,挥发油的含量为 1.26%,确认了 23 种化学成分<sup>[2]</sup>。现代药理实验表明紫丁香叶提取物具显著抗乙型肝炎病毒的作用,更由于其抑菌谱广,抑菌力强,对抗细菌耐药性的特点,已应用于临床治疗痢疾、急性黄疸性肝炎等,收到较好疗效<sup>[3,4]</sup>。紫丁香主要分布于东北及华北地区,由

\* 收稿日期:2003-12-04

作者简介:李洪玲(1971-),女,新疆石河子人,讲师,硕士,主要从事中草药质量标准的研究。 Tel: (0993) 2058099

E-mail: LiHongling197102@163.com