

表2 温水浸种对细叶益母草种子萌发的影响

Table 2 Effect of drenching-seeds by warm water on germinating rate of *L. sibiricus* seeds

温度/℃	发芽势/%	发芽率/%
20	22.0	31.5
25	38.5	48.5
30	38.2	50.1
35	32.2	44.2

2.2.2 试验测得用赤霉素、 H_2O_2 、 KNO_3 处理细叶益母草种子对促进种子萌发均有效,且种子发芽的整齐度明显提高,它们分别比对照提高了33.1%、26.3%、21.1% (表3)。经差异显著性测定,均达到了极显著水平。

表3 种子处理剂对细叶益母草种子萌发的影响

Table 3 Effect of different seeds treatment agents on germinating rate of *L. sibiricus* seeds

处 理	发芽指数/%	发芽率/%	位次	比CK提高/%
H_2O_2 处理	62.1	73.4	2	26.3
赤霉素处理	71.2	80.2	1	33.1
KNO_3 处理	59.4	68.2	3	21.1
无菌水(CK)	35.2	47.1	4	

3 讨论

3.1 通过以上试验表明,细叶益母草种子属于中温萌发型,细叶益母草种子萌发的最适温度是25~30℃,超过30℃对种子的萌发有明显的抑制作用。

3.2 细叶益母草种子用赤霉素、 H_2O_2 、 KNO_3 处理,对促进种子萌发均有效,且使种子发芽的整齐度明显提高,可在播前用,这对于决定播种期、节省播种量、缩短生长期都有重要的指导意义。

3.3 细叶益母草种子在自然条件下,当年发芽率仅为40%~50%,隔年及多年种子发芽情况有待进一步研究。

3.4 细叶益母草具有无限开花习性,收获种子饱满度不一,通过种子精选,可提高使用价值。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.
- [2] Zhang E D, Zhen H C. China be in Imminent Danger Wild Move The Protection of The Plant Resources (中国濒危野生动植物资源的保护) [M]. Shanghai: The Sconde Military Surgeon University Publisher, 2000.
- [3] Sun M G, Xu X Y, Fang J, et al. Seed Manual of Medical Plant (药用植物种子手册) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Scientific and Technical Publishing House, 1990.

升麻质量标准的研究

刘 颖, 张小茜

(北京市药品检验所, 北京 100035)

升麻为我国传统中药,为毛茛科植物大三叶升麻 *Cimicifuga heracleifolia* Kom.、兴安升麻 *C. dahurica* (Turcz.) Maxim. 或升麻 *C. foetida* L. 的干燥根茎^[1]。升麻始载于《神农本草经》,列为上品。李时珍释其名曰“其叶如麻,其性上升,故名”。梁代《本草经集注》描述为“旧出宁州者第一,形细而黑,极坚实,顷无复有”。北宋苏颂描述“今蜀汉、陕西、淮南州郡皆有之,以蜀川者为胜。春生苗,高三尺以来,叶似麻叶,并青色。四、五月着花,似粟穗,白色。六月以后结实,黑色。根紫如蒿根,多须”。明朝《本草品汇精要》载:“正品升麻原植物的叶似麻,四五月着生白色粟穗状花,根黑有多须痕,谓之“鬼眼升麻”,参看《大观本草》的茂州升麻附图,与毛茛科升麻属植物形态一致^[2]。本实验研究的对象是《中国药典》2000年版收载的升麻。其味辛、微甘,性微寒。

归肺、脾、胃、大肠经。可发表透疹,清热解毒,升举阳气。用于风热头痛,齿痛,口疮,咽喉肿痛,麻疹不透,阳毒发斑,脱肛,子宫脱垂等症。

据文献报道升麻中含有异阿魏酸(isoferulic acid)、阿魏酸(ferulic acid)及其他三萜化合物、香豆素等成分^[2]。异阿魏酸具有抗炎、镇痛等作用^[3],为本品主要成分之一,因此,可将测定异阿魏酸作为评价升麻质量优劣的指标。关于异阿魏酸测定,文献报道有薄层扫描法^[3,4]、高效液相色谱法^[5],本研究采用薄层色谱与高效液相色谱法对异阿魏酸进行鉴别和测定。建立了科学、可行的质量控制方法。

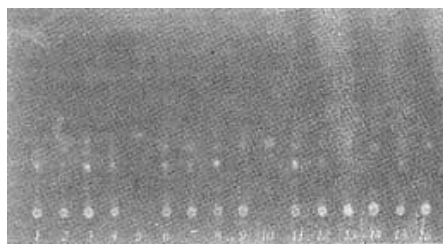
1 仪器、试剂与样品

岛津10A 高液相色谱仪。乙腈为色谱纯;磷酸为优级纯;其他试剂均为分析纯。阿魏酸对照品由中国药品生物制品检定所提供,批号 0773-9910,异阿

魏酸对照品由德国比奥罗历加公司提供,批号00050310,质量分数100%;硅胶G薄层板,烟台化学工业研究所。升麻产地分别为河北(2份)、四川(1份)、东北(9份)、德国(1份),另有3份为市售品,共计16份。所用样品经北京市药品检验所中药室赵惠萍主任药师鉴定,均为《中国药典》2000年版一部中收录的升麻品种。见表1。

2 薄层色谱鉴别

取本品粉末1g,加乙醇50mL,加热回流1h,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1mL使溶解,作为供试品溶液。另取阿魏酸和异阿魏酸对照品,分别加乙醇制成1mg/mL的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述3种溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以苯-氯仿-冰醋酸(6:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。见图1。



1~4,6~9,11~16-供试品 5-阿魏酸 10-异阿魏酸
1~4,6~9,11~16-samples 5-ferulic acid 10-isoferulic acid

图1 升麻样品薄层色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Rhizoma Cimicifugae* samples

3 HPLC 测定

3.1 色谱条件:色谱柱:Phenomenex DOG-4156-ED C₁₈(250 mm $\times$ 4.6 mm, 10 μ m) Spherclone ODS(2);流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液(13:87);体积流量:1.0 mL/min;检测波长:316 nm;柱温:35 $^{\circ}$ C。色谱柱的理论板数按异阿魏酸峰计算应不低于5000,分离度大于1.5。见图2。

3.2 实验条件的选择

3.2.1 提取方法的选择:以乙醇、甲醇为溶剂,分别加热回流和超声处理,测定同批样品,结果表明,采用乙醇回流提取较完全。

3.2.2 提取溶剂的选择:以不同体积分数的乙醇为溶剂,采用回流提取的方法,测定同批样品,结果表明,采用10%乙醇为溶剂,提取较完全。

3.2.3 提取时间的选择:以10%乙醇为溶剂,分

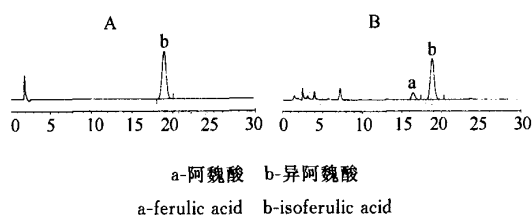


图2 异阿魏酸(A)和升麻样品(B)HPLC图谱

Fig. 2 HPLC chromatogram of isoferulic acid (A) and *Rhizoma Cimicifugae* sample (B)

别于60、90、120、150、180 min测定同批样品,结果表明,采用10%乙醇为溶剂,回流提取150 min可提取完全。

3.3 对照品溶液的制备:精密称取异阿魏酸对照品10 mg,置50 mL棕色量瓶中,加10%乙醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取1 mL,置10 mL棕色量瓶中,加10%乙醇至刻度,摇匀,即得。

3.4 供试品溶液的制备:取本品粉末(过二号筛)0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入10%乙醇25 mL,密塞,称定质量,加热回流2.5 h,放冷,再称定质量,用10%乙醇补足减失的质量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液,即得。

3.5 线性关系考察:精密量取异阿魏酸对照品的10%乙醇溶液(6.16 mg $\rightarrow$ 50 mL)1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL,分别置10 mL棕色量瓶中,加10%乙醇稀释至刻度,摇匀,分别精密吸取10 μ L,注入液相色谱仪,记录峰面积。以异阿魏酸进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,结果表明异阿魏酸在0.123 2~0.985 6 μ g与峰面积线性关系良好,其回归方程为: $Y=6.24+4793.5X$, $r=0.9999$ 。

3.6 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液(东北5)10 μ L,分别于配制后0、4、8、16、24 h,依法测定,结果表明,供试品溶液在24 h内基本稳定,异阿魏酸RSD为1.03%。

3.7 精密度试验:精密吸取同一供试品溶液(东北5),进样10 μ L,重复进样5次,求得RSD为0.19%。

3.8 重现性试验:取同一批样品(东北5)5份,制备供试品溶液、测定,结果求得异阿魏酸平均质量分数为0.32%,RSD为0.21%。

3.9 回收率试验:精密称取含异阿魏酸0.32%的同一批样品(东北5)约0.25 g,分别精密加入异阿魏酸对照品10%乙醇溶液(0.046 4 mg/mL)50 mL,按供试品溶液的制备方法制备并测定,结果平均回收率为98.76%,RSD为1.26%($n=5$)。

3.10 样品测定结果:按3.4项下方法制备并测定全

国不同地区市售的16批升麻药材样品,结果见表1。

表1 样品中异阿魏酸测定结果 ($n=2$)

Table 1 Results of isoferulic acid in samples ($n=2$)

编号	产地	异阿魏酸/%	编号	产地	异阿魏酸/%
1	河北(1)	0.285	9	德国饮片	0.238
2	河北(2)	0.296	10	辽宁(2)饮片	0.222
3	东北(1)饮片	0.173	11	广西所提供饮片	—
4	东北(2)饮片	0.261	12	四川	—
5	黑龙江(1)饮片	0.302	13	东北(3)	0.141
6	辽宁(1)饮片	0.226	14	吉林所提供	0.158
7	湖北所提供饮片	0.304	15	东北(4)	0.320
8	黑龙江(2)饮片	0.332	16	东北(5)	0.358

4 讨论

4.1 据文献报道阿魏酸与异阿魏酸均具有抗炎镇痛等作用^[3],为升麻中的主要有效成分,笔者对所收集的不同产地16批升麻样品同时测定其中阿魏酸和异阿魏酸,发现两种成分的量相差悬殊,异阿魏酸约为阿魏酸的10倍,故本实验只以异阿魏酸作为升麻质量评价的指标。

4.2 检测波长的确定:取异阿魏酸对照品的甲醇溶液,经紫外扫描,结果在200~400 nm内记录吸收光谱,异阿魏酸在316 nm处有最大吸收,故采用316 nm作为检测波长。

4.3 本研究所建立的方法简便易行,能够准确、科学地评价升麻药材的质量。从多数样品的测定结果看,不同产地和批次的药材差异较大,异阿魏酸大多在0.10%~0.36%,但个别样品的异阿魏酸量较低,而东北产升麻的量较高且较稳定。

4.4 本研究还对杂质、水分、总灰分、酸不溶性灰分及浸出物进行了考察,结果杂质为0.9%~7.3%,水分7.6%~13.8%,总灰分为5.4%~12.0%,酸不溶性灰分为0.4%~4.4%,浸出物15.8%~35.2%。各批次间差异不显著。上述测定的结果对升麻药材的质量评价具有一定的参考价值。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.
- [2] Xiao P G. *Modern Chinese Materia Medica* (新编中药志) [M]. Vol 1. Beijing Chemical Industry Press, 2002.
- [3] Yin J. *Modern Studies and Clinical Applications in Traditional Chinese Medicine* (中药现代研究与临床应用) [M]. (Vol I). Beijing: Publishing House of Ancient Chinese Medical Books, 1995.
- [4] Ye H M, Xiao P G. Determination of four active components in *Rhizoma Cimicifugae* [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 1991, 14(1): 37-38.
- [5] Pan R L, Chen D H, Shen L G, et al. Determination of ferulic acid and isoferulic acid in *Rhizoma Cimicifugae* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2000, 20(6): 396-398.

不同部位、不同产地苦参中三叶豆紫檀苷的 HPLC 测定

赵慧娟¹, 王答其², 孙文基^{1*}

(1. 西北大学 陕西省生物医药重点实验室, 陕西 西安 710069; 2. 西安植物园, 陕西 西安 710069)

苦参为豆科槐属多年生落叶亚灌木植物苦参 *Sophora flavescens* Ait. 的干燥根, 性味苦寒, 归心、肝、脾、肾、大肠、小肠诸经。具有清热燥湿、杀虫利尿的功效^[1]。又用作苦味健胃剂、利尿剂、消炎药、止泻药和驱虫药^[2]。苦参中的化学成分主要分为生物碱类和黄酮类。早期的研究主要集中在苦参生物碱类成分上, 近年来对黄酮类成分的研究较多, 并取得了很大进展。三叶豆紫檀苷为苦参中一个主要的黄酮类成分, 经研究已确认其具有很强的抗真菌作用^[3], 能部分代表苦参的功效。本实验采用 HPLC 法对苦参的根、茎、叶、叶柄以及11个产地苦参根中三叶豆紫檀苷进行测定, 以反映苦参抗菌作用进而初步起到评价其内在质量的优劣。

1 仪器与试剂

HITACHI 高效液相色谱仪; L-7420 型检测仪; L-7110 型泵; N2000 色谱工作站; HITACHI U-2001 分光光度计; BP211D 型精密电子天平 (瑞士 Sartorius 公司)。

三叶豆紫檀苷对照品 (苦参 70% 乙醇提取, 醋酸乙酯萃取, 反复柱色谱, 经 UV、IR、MS、NMR 鉴定与文献报道^[4]一致, HPLC 检测为单峰, 归一化法计算质量分数达 98% 以上)。实验中所用水为超纯水, 其余试剂均为分析醇。

苦参药材来自于西安植物园由王答其副研究员收集和鉴定。

2 方法与结果