

参考文献:

- [1] 葛卫红,沈映君. 荆芥、防风挥发油抗炎作用的实验研究 [J]. 成都中医药大学学报, 2003, 25(1): 55-58.
- [2] 周丽娜. 荆芥的化学成分及药理作用研究 [J]. 中医药学刊, 2004, 22(10): 1935.
- [4] 中国药典 [S]. 一部. 2005.
- [5] 张丽,曹丽颖,孔铭,等. 荆芥穗挥发油的质量标准研究. 2006, 37(2): 216-217.
- [6] 祁乃喜,卢金福,冯有龙,等. 荆芥酯类提取物对小鼠的镇痛作用 [J]. 南京中医药大学学报, 2004, 20(4): 229-230.

蜜制紫菀饮片的质量标准研究^①李国文¹,程雪梅²,吴 骏^{1,2},郑善松¹,王峥涛^{1,2}

(1. 上海中医药大学中药研究所 中药标准化教育部重点实验室,上海 201203)

2. 上海中药标准化研究中心,上海 201203)

紫菀为菊科植物紫菀 *Aster tataricus* L. f. 的干燥根及根茎,具有润肺下气、止咳祛痰之功效,临床用于治疗气逆咳嗽,痰吐不利,肺虚久咳,痰中带血等症^[1]。紫菀中的紫菀酮是其祛痰镇咳作用的有效成分之一^[2]。紫菀药材中紫菀酮的测定已有报道^[3,4]。但是紫菀在临床应用上以蜜制饮片为主,因此,本实验采用 TLC法和 HPLC法对蜜制紫菀饮片进行质量标准研究

1 仪器与试药

Agilent 1100型高效液相色谱仪(自动进样器,四元泵,柱温箱,DAD检测器)(Agilent,美国),KQ250DB数控超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司),BP211D型电子天平(Satorius Co. Ltd.,德国),Autosampler 3自动点样仪,Reprostar 3薄层色谱摄影仪,Plate Heater III薄层色谱加热显色仪,双槽展开缸(瑞士 CAM AG)

紫菀酮、表木栓醇对照品均由上海中药标准化研究中心提供(定性鉴别用质量分数大于 95%,定量测定用质量分数大于 98%),硅胶 G(DC-Fertig-platten SIL G-25, M ACHERY-N AGEL, MN),高效液相色谱所用的乙腈为色谱纯,水为双蒸馏水,其余试剂均为分析纯

蜜制紫菀饮片样品共 11批,购自不同产地,由上海中药标准化研究中心吴立宏博士鉴定。

2 紫菀酮、表木栓醇的薄层色谱鉴别

2.1 对照品溶液制备:称取紫菀酮、表木栓醇对照品适量,加氯仿制成 1 mg/mL的溶液,作为对照品溶液

2.2 供试品溶液制备:取紫菀粉末 1 g,加氯仿 25

mL,超声处理 30 min,滤过,滤液挥干,残渣加氯仿 1 mL使溶解,作为供试品溶液

2.3 薄层色谱分析:照薄层色谱法《中国药典》2005年版一部附录VI B)试验,吸取上述两种溶液各 3 μ L,分别点于同一硅胶 G薄层板上,以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)醋酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干。喷以 10%硫酸乙醇溶液,于 105 $^{\circ}$ C加热直至斑点清晰。置紫外灯(366 nm)和可见光下检视,结果供试品溶液色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图 1

3 紫菀酮的 HPLC法测定

3.1 色谱条件及系统适应性: Polaris C₁₈色谱柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-水(98:2); 检测波长: 200 nm; 体积流量: 1.0 mL/min; 柱温: 40 $^{\circ}$ C; 进样量: 20 μ L。按紫菀酮计算理论板数应不低于 2 000 见图 2

3.2 对照品溶液的制备:取紫菀酮对照品 5.5 mg,精密称定,置 50 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

3.3 供试品溶液的制备:取样品 1.0 g,精密称定,置 50 mL具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,称定质量,40 $^{\circ}$ C温浸 1 h后,超声处理 15 min,放冷,再用甲醇补足减失的质量,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液,即得。

3.4 标准曲线的绘制:取紫菀酮对照品溶液 0.5 1 3 5 10 20 30 40 50 μ L进样,测定。以进样质量为横坐标,峰面积为纵坐标进行回归,得回归方程: $Y = 1070.1X - 5.0924$, $r = 0.9999$,结果表明紫菀酮在 0.055~5.5 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。

① 收稿日期: 2007-05-15
基金项目:“十五”国家科技攻关项目(2001BA701A55-43);上海市科委项目(05DZ19742)
* 通讯作者 王峥涛 Tel (021)51322507 Fax (021)51322519 E-mail wangzh@shutcm.edu.cn

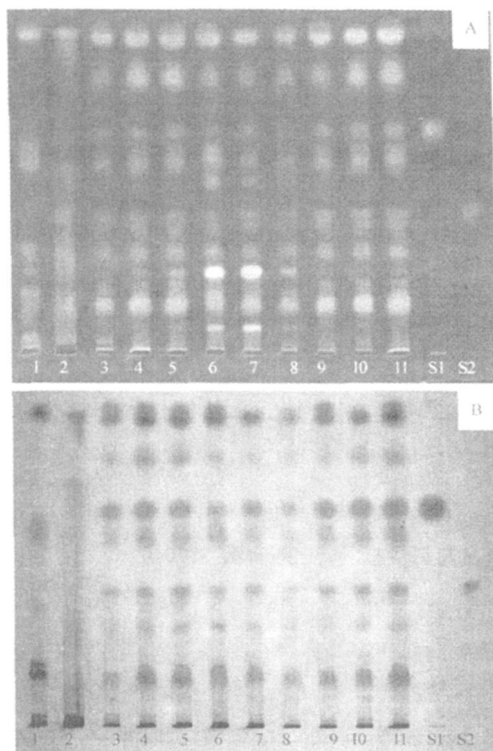


图 1 11为购自于不同产地的饮片 S1-紫菀酮 S2表木栓醇
 1-11 samples obtained from various habitats
 S1-shionone S2-*epi-friedelanol*

图 1 蜜制紫菀饮片在 366 nm(A)和可见光(B)下的 TLC图谱

Fig. 1 TLC Chromatograms of *Radix et Rhizoma Asteris* at UV 366 nm (A) and Vis (B)

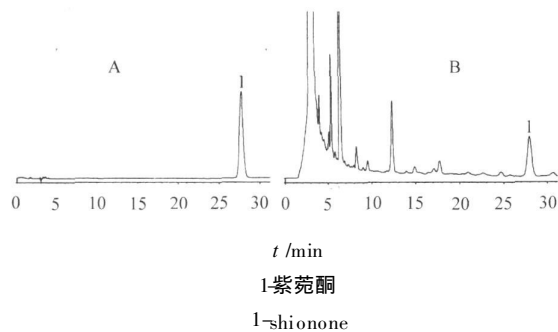


图 2 紫菀酮对照品(A)和蜜制紫菀饮片(B)的 HPLC色谱图

Fig. 2 HPLC Chromatograms of shionone reference substance (A) and *Radix et Rhizoma Asteris* (B)

3.5 精密度试验: 紫菀酮对照品溶液, 分别重复进样 6次, 进行 HPLC分析, 以紫菀酮的峰面积计算得 RSD为 0.15%。

3.6 稳定性试验: 取 11号药材样品 1 g, 制备供试品溶液, 分别在 0 1 2 4 6 8 12 18 24 48 72 96 h 进行测定, 以紫菀酮的质量分数计算, RSD为 1.60%, 说明供试品溶液中的紫菀酮在 96 h 内稳定

3.7 重现性试验: 取 11号药材样品 1.25 g, 共 6份, 精密称定, 制备供试品溶液, 进行 HPLC分析, 紫菀酮质量分数平均值为 0.1960%, RSD为 2.27%。

3.8 加样回收率试验: 取 11号的药材样品约 0.5 g, 精密称定, 分别加入 0.385 1.1 2.2 mg 紫菀酮对照品, 制备供试品溶液, 进行 HPLC分析, 计算得平均回收率为 98.0%, RSD为 2.3% (n= 9)

3.9 样品的测定: 精密吸取紫菀酮对照品溶液和供试品溶液各 20 μL, 进行 HPLC分析, 按外标法计算质量分数, 结果见表 1

表 1 蜜制紫菀饮片中紫菀酮的测定结果 (n= 2)

Table 1 Determination of shionone in commercial *Radix et Rhizoma Asteris* (n= 2)

样品编号	样品来源	学名	紫菀酮 %
1	四川成都	橐吾 <i>Ligularia</i> spp.	—
2	辽宁锦州	<i>L.</i> spp	—
3	福建厦门	紫菀 <i>Aster tataricus</i> L. f.	0.148 59
4	新疆乌鲁木齐	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.090 31
5	江苏南京	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.174 86
6	河南郑州	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.083 23
7	北京	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.134 51
8	山东青岛	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.182 07
9	山东济南	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.153 12
10	甘肃敦煌	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.164 26
11	上海	<i>A. tataricus</i> L. f.	0.201 00

3 讨论

根据薄层色谱试验结果可以看出: 来源于四川成都和辽宁锦州的样品不含有紫菀酮, 这与 HPLC法试验结果是一致的。在我国许多地区民间将菊科橐吾属多种植物的根及根茎作紫菀使用, 统称山紫菀^[5], 四川所用山紫菀类药材的原植物主要是鹿蹄橐吾 *Ligularia hodgsonii* Hook.、川鄂橐吾 *L. wilsoniana* (Hems1.) Greenm.、狭苞橐吾 *L. mtermedia* Nakai 毛苞橐吾 *L. sibirica* var. *araneasa*, 其次是离舌橐吾 *L. veitchiana*; 东北地区所用山紫菀原植物主要为蹄叶橐吾 *L. fischeri*

部分山紫菀类药材含大量吡咯里西啶生物碱, 这类生物碱对肝脏、肺及肾脏具明显毒性, 因此预试验对这两个样品是否含有吡咯里西啶生物碱进行了初步研究, 取来源于四川成都和辽宁锦州的样品 3 g, 用 80% 乙醇提取 1 h, 减压回收溶剂至干, 用 2.5% 盐酸溶解, 滤过, 滤液用氨水调 pH 值至 10~ 11, 然后用氯仿萃取, 即得样品溶液, 用氯仿-甲醇 (15: 1) 展开, 改良碘化铋钾显色, 结果表明来源于四川成都的样品中的生物碱斑点清晰, 来源于辽宁锦州的样品则未检测到。鹿蹄橐吾 *L. hodgsonii* Hook. 含大量吡咯里西啶生物

碱^[6],而蹄叶橐吾 *L. fisheri* (Ledeb.) Turcz. 的生物碱含量低,较难检视

从结果可以看出,不同来源的蜜紫菀中紫菀酮的含量有一定的区别,9种蜜紫菀中以上海、南京、青岛、敦煌含紫菀酮的量较高,北京、济南、厦门稍差,河南、新疆较差,这可能和炮制工艺不同有关,因此对蜜制紫菀的炮制工艺进行规范化研究十分必要

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2005.
- [2] 卢艳花,戴岳,王峥涛,等. 紫菀法痰镇咳作用及其有效部位和有效成分 [J]. 中草药, 1999, 30(5): 360-362.
- [3] 吴骏,王国艳,袁桂新,等. HPLC法测定紫菀中紫菀酮的含量 [J]. 中国中药杂志, 2003, 28(8): 738-740.
- [4] 周军辉,伍蔚萍,谢子民,等. 紫菀药材的高效液相色谱指纹图谱与定量分析 [J]. 中药材, 2004, 27(8): 562-565.
- [5] 赵显国,李志猛,张勉,等. 中药山紫菀类研究: I. 山紫菀类药材药源调查及原植物鉴定 [J]. 中草药, 1998, 29(2): 115-119.
- [6] 赵显国,王峥涛,林鸽,等. 山紫菀类药材的原植物及其毒性考证 [J]. 中国中药杂志, 1998, 23(3): 131-133, 153.

RP-HPLC法测定复方柳菊片中蒙花苷^①

付辉政¹,万凯化²,刘兰祥^{*}

(1. 江西中医学院,江西 南昌 330006; 2. 江西省食品药品检验所,江西 南昌 330046)

复方柳菊片由旱柳叶、野菊花、白花蛇舌草 3味药组成,具有清热解毒之功效,用于肺结核病。该药收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15册,但是质量标准中只有野菊花和熊果酸的薄层色谱法,但无定量测定。因此,本实验以野菊花的有效成分蒙花苷为指标,采用 HPLC法测定复方柳菊片中的蒙花苷。经方法学考察及阴性对照实验表明方法专属性强,处方中其他成分对蒙花苷的测定无干扰,且方法简便、快速、准确、重现性好。

1 仪器与试剂

Agilent 1100高效液相色谱仪,包括 VWD检测器,自动进样器,Agilent 1100化学工作站(美国安捷伦科技有限公司); Sartorius电子天平; KQ3200超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)

甲醇为色谱纯;水为二次蒸馏水,其他试剂均为分析纯。蒙花苷对照品批号 111528-200504,购于中国药品生物制品检定所;复方柳菊片和缺菊花的阴性对照样品由江西国药有限责任公司提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Diamonsil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-4%冰醋酸液 (49:51); 体积流量: 1.0 mL/min; 理论板数以蒙花苷计算不得低于 3 000。在以上色谱条件下,复方柳菊片中蒙花苷与其他组分的色谱峰分离度良好。见图 1

2.2 供试品溶液的制备: 取质量差异项下的本品,除去薄膜衣,研细,取约 0.2 g,精密称定,置 50 mL

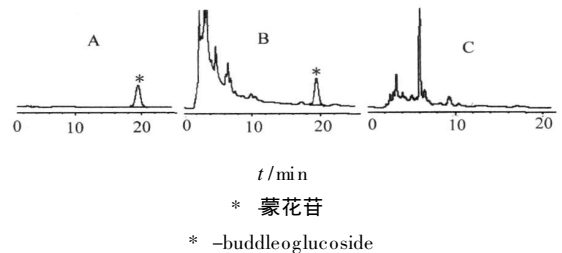


图 1 蒙花苷对照品 (A)、复方柳菊片 (B) 和阴性样品 (C) 的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of buddleoglucoside reference substance (A), Compound Liuju Tablets (B), and negative sample (C)

量瓶中,加甲醇 45 mL,超声处理 (功率 250 W 频率 25 kHz) 30 min,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3 阴性对照溶液的制备: 按照供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

2.4 对照品溶液的制备: 精密称取蒙花苷对照品 11.68 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 2 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

2.5 线性关系考察: 精密吸取上述对照品溶液 2 10 16 20 24 μL,注入液相色谱仪,测定峰面积值。以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程为 $Y = 1.849.1X + 5.657.8$, $r = 0.9997$,表明蒙花苷在 0.046 72~0.560 64 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验: 精密吸取供试品溶液 (批号

① 收稿日期: 2007-05-08
作者简介: 付辉政 (1978-),男,江西安福人,中药师,江西中医学院在读硕士研究生,研究方向为天然药物活性成分研究。
E-mail: fhzhz62@sohu.com