

延胡索红花配伍对延胡索乙素含量的动态影响

魏良兵, 王晓玉, 陈莉, 孟楣, 高家荣, 周晓君

(安徽中医学院第一附属医院药学部, 国家中医药管理局中药制剂三级实验室, 合肥 230031)

[摘要] 目的: 研究延胡索红花配伍后对延胡索乙素含量的动态变化规律, 探讨中药配伍的合理性。方法: 对单味延胡索及其与红花配伍后的加水煎煮, 测定其中的有效成分延胡索乙素的动态含量。结果: 延胡索红花配伍后延胡索乙素含量减少, 同时煎煮 75 min 延胡索乙素含量也逐渐下降。结论: 延胡索与红花配伍, 降低了延胡索乙素的含量, 此结果为延胡索红花配伍提供实验理论依据。

[关键词] 薄层扫描法; 延胡索; 红花; 配伍; 含量测定

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)06-0077-03

Tetrahydropalmatine Dynamic Changes in Compatibility of Corydalis Rhizoma with Carthamus Flos

WEI Liang-bing, WANG Xiao-yu, CHEN Li, MENG Mei, GAO Jia-rong, ZHOU Xiao-jun
(The First Affiliated Hospital of Anhui College of Traditional Chinese Medicine, State Administration of National Chinese Drugs Medicament Laboratory of Grade 3, Hefei 230031, China)

[Abstract] **Objective:** Research of the compatibility of Corydalis Rhizoma with Carthamus Flos on the dynamic change of tetrahydropalmatine for regulation of Chinese crude drug compatibility and discussing the rationality. **Method:** The compatibility of Corydalis Rhizoma with Carthamus Flos after the decoction of two kinds of effective ingredients was studied to determine the dynamic change of tetrahydropalmatine. **Result:** The tetrahydropalmatine content decreased at 75 minutes after compatibility of Corydalis Rhizoma with Carthamus Flos. **Conclusion:** Compatibility of fumaria with Carthamus Flos can reduce tetrahydropalmatine content, and the results can provide theory basis for compatibility test.

[Key words] TLCs; Corydalis Rhizoma; Carthamus; compatibility; content determination

延胡索 *Corydalis Rhizoma* 为理气止痛、活血化瘀的常用药, 常用于血瘀气滞所致机体各部位的疼痛。现代药理研究证明延胡索中含有多种生物碱, 如延胡索甲素、延胡索乙素、延胡索丙素等^[1-2], 均对中枢神经有较强的镇痛、解痉等作用^[2]。最具有代表性的是延胡索乙素, 其镇痛作用较强。红花 *Carthamus Flos* 是传统中药“活血通经, 祛瘀止痛”的

要药, 可广泛应用于临床多种瘀血阻滞为患或血行不畅之证。中医认为红花味辛微苦、性温, 归心、肝经, 是活血通经, 去瘀止痛之良药^[3-4]。

延胡索和红花均具为活血通经, 祛瘀止痛药, 为中药传统的药对, 其配伍后整体效应大于单味药的功效, 但是目前在国内外对其配伍过程中有效成分变化仍是空缺。本论文在进行大量文献研究和试验基础上, 通过延胡索红花配伍, 选择不同的煎煮时间点, 以薄层扫描法测定延胡索乙素的含量^[5], 分析有效成分延胡索乙素的动态变化, 研究中药配伍的合理性, 揭示中药配伍后协同增效作用的物质基础, 为今后进一步研究延胡索红花有效部位、药理作用及

[收稿日期] 20101117(002)

[基金项目] 安徽中医学院青年科研基金项目(2010qm008)

[第一作者] 魏良兵, 硕士研究生, 从事中药制剂标准及检验,
Tel: 0551-2838558, E-mail: wlb0101@163.com

新药的开发提供理论依和奠定基础。

1 仪器与试剂

CAMAG III 型薄层色谱扫描仪(瑞士 CAMAG 公司);CAMAG 层析缸(瑞士 CAMAG 公司);CAMAG 紫外光灯(瑞士 CAMAG 公司);NANOMAT4 点样仪(瑞士 CAMAG 公司);CAMAG TLC PLATE HEATER III 型加热板(瑞士 CAMAG 公司);定量毛细管(瑞士 CAMAG 公司);硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工集团);SARTORIUS BP211 电子天平;CANON 数码照相机。

延胡索乙素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110781-200512);延胡索药材,红花药材(合肥乐家老铺中药饮片有限公司提供,批号分别为 100324,100518)经本院孟楣主任中药师鉴定为正品;所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 吸附剂:硅胶 G 薄层板;展开剂:甲苯-丙酮(9:2),预饱和 30 min,上行展开,取出,晾干,置碘缸中约 3 min,晾干,置紫外灯(254,365 nm)下检视。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取延胡索乙素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.11 mg 的溶液,作为延胡索乙素对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 延胡索煎煮母液的制备 称取延胡索 9 份,每份 25 g,分别加入 20 倍量水,浸渍 30 min,分别煎煮 0,5,10,20,30,45,60,75,90 min,过滤,滤液定容至 500 mL,作为延胡索乙素供试品延 0~延 90。

2.3.2 延胡索与红花煎煮母液的制备 称取延胡索 25 g 和红花 25 g,各 9 份,分别加入 20 倍量水,浸渍 30 min,分别煎煮 0,5,10,20,30,45,60,75,90 min,过滤,滤液定容至 500 mL,作为延胡索红花供试品延红 0~延红 90。

2.3.3 延胡索乙素测定供试品溶液的制备 分别精密量取上述溶液各 20 mL,置平底烧瓶中,精密加入浓氨试液-甲醇(1:20)混合溶液 50 mL,称定质量,加热回流 1 h,放冷,再称定质量,用浓氨试液-甲醇(1:20)混合溶液补足减失的质量,摇匀,过滤,精密吸取续滤液 25 mL,置水浴上蒸干,残渣加甲醇溶解,转移至 5 mL 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,过滤,取续滤液即得,作为延胡索乙素测定供试品溶液。

2.4 检测波长 取延胡索乙素测定供试品溶液、延

胡索乙素对照品溶液,经点样展开后,在 200~700 nm 扫描延胡索乙素斑点,结果供试品与对照品在 343 nm 处有最大吸收,故选用 $\lambda_S = 343 \text{ nm}$, $\lambda_R = 650 \text{ nm}$ 。

2.5 线性关系考察 精密吸取延胡索乙素对照品溶液(0.11 g·L⁻¹)0.5,1.0,1.5,2.0,2.5,3.0 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述色谱条件展开后进行扫描,以对照品量为横坐标 X,吸收峰面积为纵坐标 Y,绘制标准曲线,试验数据经线性回归,得回归方程 $Y = 28.536X + 1321.095$ ($r = 0.99369$)。结果表明延胡索乙素在 0.055 μg~0.330 μg 呈良好的线性关系。

2.6 稳定性试验 吸取延胡索与红花配伍液(30 min 的提取液),点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述色谱条件展开后进行扫描;在室温下放置,每隔 1 h 测定 1 次峰面积,测定峰面积,计算结果表明:供试品峰面积值在 6 h 内基本稳定,RSD 1.37% ($n = 7$)。

2.7 精密度试验 在同一硅胶 G 薄层板上点 6 个相同量的延胡索乙素对照品溶液,按上述色谱条件法展开,取出,晾干,定位,扫描测定峰面积值,计算得出 RSD 2.27% ($n = 6$) 表明精密度良好。

2.8 重现性试验 取延胡索与红花配伍液(30 min 的提取液),按供试品溶液的制备方法平行制备 6 份,依法测定,进行扫描,平均质量分数为 0.109 mg·g⁻¹,计算得出 RSD 0.95% ($n = 6$)。

2.9 加样回收率试验 精密量取已知含量的延胡索与红花配伍液(30 min 的提取液)6 份,每份 20 mL 分别加入一定量延胡索乙素对照品 1 mL(0.11 g·L⁻¹),按照供试品溶液的制备方法操作,在上述色谱条件下进行测定,计算 RSD 和加样回收率(见表 1)。结果:平均回收率 99.96%,RSD 2.37% ($n = 5$)。

表 1 延胡索乙素加样回收率测定结果

No.	供试品取 样品/mL	样品中 含量/mg	加入量 /mg	测得样品中 含量/mg	回收率 /%
1	10	0.107	0.11	0.216	99.0
2	10	0.107	0.11	0.219	102.4
3	10	0.107	0.11	0.214	97.2
4	10	0.107	0.11	0.220	102.5
5	10	0.107	0.11	0.215	98.7

2.10 样品含量测定 取延胡索乙素供试品 1~9 和延胡索红花供试品 1~9,按照上述色谱条件(参照 2.1)进行含量测定,结果见表 2。

灰兜巴粗多糖的提取及含量测定

陈燕忠 符美燕 谢清春* 吕竹芬 申楼 陈卉 秦贞苗

(1. 广东省药物新剂型重点实验室 广东药学院药物研究所, 广州 510006)

[摘要] 目的:研究灰兜巴粗多糖的提取及含量测定,为临床糖尿病的药物治疗提供新的线索,对开发和研究治疗糖尿病的新物质,特别是从天然资源中找到既能治疗糖尿病又无明显不良反应的药物,具有特别重要的意义。方法:采用水提醇沉法从灰兜巴药材中提取灰兜巴粗多糖;采用苯酚-硫酸法显色后用分光光度法测定多糖的总糖含量。结果:灰兜巴粗多糖总糖的浓度与吸光度在 15~50 mg·L⁻¹ 呈良好的线性关系,回归方程: $A = 0.0152C + 0.0192$, $r = 0.9993$ 。采用换算因子 $f = 3.3473$ 计算,灰兜巴粗多糖总糖的平均质量分数为 99.92%。结论:该试验采用的苯酚-硫酸法易操作、灵敏度高、稳定性和重现性好,可行。该方法可作为灰兜巴粗多糖的含量测定方法。

[关键词] 灰兜巴;粗多糖;提取;苯酚-硫酸法;含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)06-0079-04

Extraction and Assaying of Huidouba Polysaccharides

CHEN Yan-zhong, FU Mei-yan, XIE Qing-chun*, LU Zhu-fen, SHEN Lou, CHEN Hui, QIN Zhen-miao

(1. Key Laboratory of Advanced Drug Delivery of Guangdong Province, Institute of Material Medica, Guangdong College of Pharmacy, Guangzhou 510006, China)

[收稿日期] 20101104(002)

[基金项目] 广东省社会发展领域科技计划项目(粤科函社字[2010]1096-30)

[第一作者] 陈燕忠,博士,教授, Tel:020-39352501, E-mail: Doctor.c@163.com

[通讯作者] * 谢清春,硕士,助理研究员,从事药物新剂型与质量研究, Tel:020-39352508, E-mail: xieqchun@163.com

表 5 延 0~延 90 及延红 0~延红 90 含量测定结果

样品	延胡索乙素 /mg	样品	延胡索乙素 /mg
延 0	0.071	延红 0	0.078
延 5	0.135	延红 5	0.084
延 10	0.162	延红 10	0.094
延 20	0.190	延红 20	0.099
延 30	0.195	延红 30	0.107
延 45	0.206	延红 45	0.108
延 60	0.346	延红 60	0.174
延 75	0.354	延红 75	0.274
延 90	0.338	延红 90	0.121

3 讨论

本文从动态变化为切入点,研究延胡索红花配伍对其有效成分影响,在煎煮的相同时间段,延胡索中延胡索乙素含量比延胡索红花配伍中要大,说明延胡索红花配伍后使延胡索乙素的含量降低。

延胡索煎煮液和延胡索红花配伍煎煮液在煎煮

75 min 时,延胡索乙素的含量最大,煎煮至 90 min 时,延胡索乙素的含量则变小。说明煎煮时间对延胡索乙素有一定的时间,不宜超过 75 min。

[参考文献]

- [1] 张晓丽,曲扬,侯家鸣,等. 延胡索的化学成分[J]. 沈阳药科大学学报, 2008, 25(7):537.
- [2] 贺凯,高建莉,赵光树. 延胡索化学成分、药理作用及质量控制研究进展[J]. 中草药, 2007, 38(12):1909.
- [3] 姜建双,夏鹏飞,冯子明,等. 红花化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(24):2911.
- [4] 杨丽华,张敏,马春,等. 红花的现代研究进展[J]. 中国老年学杂志, 2007, 27(14):1429.
- [5] 魏良兵,孟楣,程璠,等. 不同醋炙延胡索中延胡索乙素的含量变化[J]. 中药材, 2008, 31(4):494.

[责任编辑 仝燕]