

出。结合炮制品性状要求,萝卜苷定量测定可作为有效反映莱菔子炮制程度的专属性质量控制方法。

实验中发现,莱菔子如仅微炒,在达不到传统要求的形体鼓起、种皮易捻脱、富含油性、具浓郁特殊香气等性状要求时,萝卜苷的量要高于优选工艺炮制品。但中药饮片是为中医临床服务的,炮制中特有的“火候”要求,是在长期临床验证中形成的,在饮片入药的形式下,饮片的特有性状要求必须得到充分的继承。否则,仅以萝卜苷量为标准获得的将是临床不认可的炒莱菔子,性状与萝卜苷定量测定相结合的方法,可以更客观有效地保证莱菔子的炮制质量。这在中药炮制机理和质量控制方法研究中必须引起足够的重视。

参考文献:

[1] 龚千锋. 中药炮制学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2005:

109.

- [2] 张 欣, 王爱武, 宿廷敏, 等. 莱菔子生制品挥发性成分 GC-MS 分析[J]. 中成药, 2008, 30(1): 96-98.
- [3] Zhang Xin, Liu Hongbing, Jia Jingjing, et al. Two novel sulfur compounds from the seeds of *Raphanus sativus* L. [J]. *J Asian Nat Prod Res*, 2010, 12(2): 113-118.
- [4] 任 涛, 吕文海, 张 欣, 等. 莱菔子炮制前后成分群变化的初步研究[J]. 中成药, 2009, 31(11): 1715-1718.
- [5] 吕文海, 任 涛, 苏永汶, 等. 炮制抑制莱菔子中萝卜苷酶解转化的初步研究[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(8): 980-983.
- [6] 任 涛, 吕文海. 以硫代葡萄糖苷相对含量优选莱菔子炮制工艺研究[J]. 中成药, 2010, 32(7): 1159-1162.
- [7] Iori R, Barillari J, Gallienne E, et al. Thio-functionalised glucosinolates: unexpected transformation of desulfoglucoraphenin [J]. *Tetrahedron Lett*, 2008, 49: 292-295.

HPLC 法测定峨参中峨参内酯

王岳峰, 刘苾菡, 耿 耘, 马超英
(西南交通大学峨眉校区, 四川 峨眉山 614202)

摘要: 目的 建立测定峨眉山特色资源植物峨参中峨参内酯的反相高效液相色谱测定法, 为峨参药材的质量控制提供方法。方法 使用大连中汇达 C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-水(52:48), 体积流量 1.0 mL/min, 柱温 35 ℃, 检测波长 293 nm。结果 测得峨参内酯在 0.187 5 ~ 1.125 0 μg 的范围内, 线性良好, $r = 0.999\ 8$, 峨参药材的峨参内酯质量分数范围为 0.040 4% ~ 0.053 1%。结论 根据对 10 批次峨参中峨参内酯测定的结果, 建议峨参中峨参内酯的量不应低于 0.040%。

关键词: 峨参; 峨参内酯; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-4528(2011)09-1565-03

峨参为伞形科峨参属植物峨参 *Anthriscus sylvestris* (L.) Hoffm. 的根, 与峨蕊、雪磨芋, 历来被人们认为是峨眉山的三大特产而闻名远近。中医认为峨参有补中益气、祛瘀生新之功效^[1]。性甘、味辛、微苦, 入脾、胃、肺三经。分布于峨眉山地区的神殿附近的峨山沟、九老洞、金顶, 野生于灌木林缘、草坡。峨参中主要含有峨参内酯, 具有杀虫、抑制癌细胞增殖、抗病毒、抗癌和抗有丝分裂的作用^[2]。峨参属植物生长迅速, 资源丰富。峨参在我国用作滋补强壮药, 沿用历史悠久。国外学者对峨参、刺果峨参、

东北峨参等植物做了部分研究, 研究部位主要包括根、叶、花和种子等, 从峨参中分离出杀虫、抗癌、抗有丝分裂、抗病毒的有效物质。峨参的化学成分主要有峨参内酯、异峨参内酯、水芹酮以及紫花前胡苷、东莨菪苷等。文献《Volatile components from *Anthriscus sylvestris* (L.) Hoffm.》是关于峨参化学成分研究的最新(2002年)的一篇报道, 从峨参中用水蒸气蒸馏法分离得到数十种挥发性成分。国内有关峨参的研究, 多是从生态学^[3-4]、栽培学^[5-6]等方面进行的。关于峨参化学成分方面的研究, 国内文献报

收稿日期: 2011-01-17

基金项目: 四川省应用基础项目“峨眉山道地中药材质量标准的研究”(07JY029-062)

作者简介: 王岳峰(1957—), 男, 副教授, 从事中药化学成分研究。

道微乎其微。目前,对峨参中峨参内酯的定量测定报道尚无研究。本实验旨在利用高效液相色谱法测定10个不同批次的峨参中峨参内酯,计算出其质量分数范围,为峨参的质量标准的制定提供基础性研究资料。

1 仪器、药品试剂及药材

1.1 仪器 岛津 LC-20AT 高效液相色谱仪,大连中汇达 VP-ODS C_{18} 柱(4.6 mm $\times$ 200 mm 5 μ m)。

1.2 药品试剂 峨参内酯对照品(实验室自制);甲醇为色谱纯(科密欧);水为超纯水;其他试剂均为分析纯,使用前均经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤。

1.3 药材 药材均由西南交通大学生命科学与工程学院宋良科教授鉴定。来源见表1。

表1 药材来源

药材号	来源
1	乐山市沙湾(市售)
2	峨眉山市医药公司
3	峨眉山市仙山制药有限公司
4	峨眉山市夹江县(市售)
5	峨眉山市德仁堂大药房
6	峨眉山市龙池镇(市售)
7	成都荷花池
8	眉山市洪雅县(市售)
9	峨眉山市符溪镇(市售)
10	乐山市峨边县(市售)

2 方法与结果

2.1 色谱条件 大连中汇达 VP-ODS C_{18} 柱(4.6 mm $\times$ 200 mm 5 μ m),检测波长 293 nm,流动相甲醇-水(52:48)为流动相,柱温 35 $^{\circ}$ C,体积流量 1.0 mL/min。进样量 10 μ L。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取峨参内酯对照品 0.007 5 g,用甲醇溶解并定容于 100 mL 量瓶中,配制成质量浓度为 0.075 mg/mL 的溶液,备用。

2.3 供试品溶液的制备 精密称取峨参粉末 4.0 g,置锥形瓶中,称定质量。样品瓶中直接加入 48 mL 规定浓度的甲醇溶液,回流 3 次,每次 60 min,每次回流后,补足质量,过滤,冲洗滤渣和锥形瓶,合并 3 次滤液与洗液,减压蒸干,残渣加甲醇溶解,并定容于 10 mL 量瓶中。微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,即得供试品溶液。

2.4 标准曲线 取峨参内酯对照品溶液,分别精密吸取 2.5、5、7.5、10、12.5、15 μ L 进入液相色谱仪,测定峰面积。试验结果表明:峨参内酯的标准曲线为 $Y = 570\ 852.60X - 24\ 604.56$, $r = 0.999\ 8$ ($n =$

6) 峨参内酯在 0.187 5 ~ 1.125 0 μ g 范围内进样量与峰面积成良好线性关系。

2.5 精密度试验 取质量浓度为 0.075 mg/mL 的溶液,精密量取 10 μ L,连续进样 5 次,考察峰面积,计算相对标准偏差, RSD 为 0.208 8%。试验结果表明,精密度良好。

2.6 稳定性试验 精密称取同一峨参样品 4 g,按 2.3 项方法制备供试品溶液,分别在 0、2、4、8、12、24 h 进样 10 μ L,计算各色谱峰峰面积的相对标准偏差,峰面积的 RSD = 1.12% ($n = 6$),表明样品在 24 h 内基本稳定。

2.7 重复性试验 取同一批样品 5 份,依法制备成供试品溶液,精密吸取 10 μ L 测定相对峰面积,计算相对标准偏差, RSD 为 1.933 7% ($n = 6$),重复性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称取已知量(0.041 6%)的 9 号样品 4.0 g,置锥形瓶中,称定质量。样品瓶中直接加入 50 mL 规定浓度的甲醇溶液,回流 3 次,每次 60 min,每次回流后,补足质量,过滤,冲洗滤渣和锥形瓶,合并 3 次滤液与洗液,并用甲醇定容于 25 mL 量瓶中。精密吸取 1 mL 提取液,置 100 mL 量瓶中,再分别加入峨参内酯对照品 0.080 0 mg/mL 的对照品溶液 10 mL,用甲醇定容至刻度。平均操作 5 次,精密吸取 10 μ L 在 293 nm 处测定吸光度,计算得回收率,结果表明平均回收率为 100.3%, RSD = 0.52%,回收试验良好。具体见表 2。

表2 加样回收率试验结果

原有量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.801 6	0.8	1.604 75	100.40		
0.801 6	0.8	1.610 35	101.10		
0.801 6	0.8	1.599 15	99.70	100.3	0.521 9
0.801 6	0.8	1.602 19	100.08		
0.801 6	0.8	1.602 33	100.10		

2.9 测定结果 取 10 个批次的样品,依次精密称定峨参粉末 4.0 g,分别加入 95% 乙醇 50 mL,称定质量,各提取 1 h,放冷,再称定质量,用 95% 乙醇补足减失的质量,滤过并减压蒸干,残渣用甲醇定容于 10 mL 量瓶中。平行操作两次。测定峰面积,计算峨参内酯的量。结果见表 3。

表 3 测定结果

序号	质量分数/%
1	0.033 4
2	0.037 2
3	0.037 8
4	0.055 1
5	0.043 7
6	0.040 6
7	0.040 1
8	0.041 3
9	0.041 6
10	0.045 3
$\bar{X}$	0.041 6
SD	0.005 8
$\bar{X} \pm SD$	0.035 8 ~ 0.047 4

3 讨论

本研究是建立在考察了峨参内酯的提取工艺的基础上,通过 HPLC 测定方法的探索和方法学考察,根据对 10 批峨参中峨参内酯测定的结果,提出了在 190 ~ 700 nm 的波长范围对峨参内酯对照品进行紫

外扫描,确定 293 nm 作为检测波长,峨参药材中峨参内酯的质量分数不应低于 0.040% 的建议。当然,是否有更能反映峨参质量的活性成分作为指标,还有待于进一步深入研究。

参考文献:

- [1] 王凤岐,吴大真. 峨眉神效验方[M]. 北京:科学普及出版社,1982:42.
- [2] 王志光,尹述凡. 脱氧鬼臼毒素杀虫作用机理初步研究[J]. 中国医药工业杂志,1992,23(2):65~68.
- [3] 夏光敏,李忠谊,于家驹,等. 峨参原生质体的体细胞胚同步化发生及植株再生[J]. 实验生物学报,1991,24(4):4-6.
- [4] 关若华,葛 滢,常 杰,等. 明党参、峨参光合与生长的研究[J]. 浙江大学学报,2003,30(5):584-586.
- [5] 殷现伟,常 杰,邱英雄,等. 濒危植物明党参和非濒危植物峨参种子休眠和萌发比[J]. 生物多样性,2002,10(4):425-430.
- [6] 盛海燕. 环境因素对伞形科两种植物种子萌发的影响[J]. 生态学报,2004,24(2):221-226.

欢迎订阅 欢迎投稿

2012 年《广州中医药大学学报》

《广州中医药大学学报》(ISSN 1007-3213/CN44-1425/R)是一份国内外公开发行的中医药学术类刊物,突出中医药特色,坚持“双百方针”,社会效益明显。本刊是中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)、中国学术期刊评价研究报告(RCCSE)中国核心学术期刊,被包括美国化学文摘(CA)、美国《剑桥科学文摘》(CSA)以及WHO西太平洋地区医学索引(WPRIM)、中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)、中国核心期刊(遴选)数据库、中国生物医学文献数据库(CBMdisc)、中文生物医学期刊数据库(CMCC)、中文科技期刊数据库源期刊、中国学术期刊综合评价数据库、中国期刊网中国学术期刊(光盘版)全文数据库(CNKI)等多个国内外权威检索系统/数据库收录。先后荣获全国优秀高校自然科学学报及教育部优秀科技期刊、首届及第三届中国高校优秀科技期刊、全国中医药优秀期刊、广东省优秀期刊、广东省优秀科技期刊等重要奖项,并入选为中国期刊方阵双效期刊。主要栏目有中医基础理论探讨、临床研究、实验研究、中药药理、中药鉴定、中药制剂与工艺、经络与针灸、名医名家、新技术与新方法和疑难病案分析等。文章题材新颖,切合临床实际,可读性强,集中报道目前中医药学最新研究进展。大部分论文提供中、英文摘要;图表采用中、英文双语编排。既可为国内外医疗、教育、科研人员进行中医药研究提供参考,又可为临床医生诊疗疾病、药物研究人员进行中医药开发提供思路,亦是中医药学爱好者的可读之品。

本刊为双月刊,大16开本,逢单月20日出版。定价:8.00元/期。邮发代号:46-275。全国各地邮局均可订阅。脱订者也可直接向编辑部办理邮购。

编辑部地址:广州市机场路12号(邮编:510405),《广州中医药大学学报》编辑部。

联系人:贺小英、袁书慧; 电话:(020)36585268,36585697,36585013;

传真:(020)36585697; E-mail:gzzyxb@gzhtcm.edu.cn。