

不同干燥方法对川芎不同部位丁苯酞含量的影响

余昕, 张丹, 欧丽兰, 袁叶飞*
(泸州医学院, 四川 泸州 646000)

[摘要] 目的: 研究不同干燥方法对川芎不同部位丁苯酞含量的影响。方法: 采用高效液相色谱法测定不同干燥方法的川芎不同部位中丁苯酞的含量。结果: 丁苯酞在进样量 0.515 2~5.152 0 μg 与峰面积呈良好的线性关系 ($r=0.999\ 9$), 定量限为 5.515 2 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$, 平均回收率为 100.1%, RSD 1.10% ($n=9$); 川芎不同部位丁苯酞的含量从高到低为根茎 > 茎 > 叶; 不同干燥方法对川芎不同部位丁苯酞含量有一定影响。结论: 川芎不同部位的丁苯酞含量不同, 川芎全株宜选用晒后烘干的干燥方法。

[关键词] 干燥方法; 川芎; 丁苯酞; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)08-0116-04

[doi] 10.11653/syfy2013080116

Effect of Different Drying Methods on Butylphthalide in Different Parts of *Ligusticum chuanxiong*

YU Xin, ZHANG Dan, OU Li-lan, YUAN Ye-fei*
(Luzhou Medical College, Luzhou 646000, China)

[Abstract] **Objective:** To study the effect of different drying methods on butylphthalide in different parts of *Ligusticum chuanxiong*. **Method:** The content of butylphthalide in *L. chuanxiong* from different drying methods and different parts was determined by HPLC. **Result:** There was a good linear relationship between butylphthalide and peak area when the sample injection was from 0.515 2-5.152 0 μg ($r=0.999\ 9$), the quantification limit was 5.515 2 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$, the average recovery was 100.1%, and RSD was 1.10% ($n=9$). The butylphthalide content in different parts of *L. chuanxiong* arranged in descending order was rhizome > stem > leaf. Different drying methods had some influence on the butylphthalide content in different parts of *L. chuanxiong*. **Conclusion:**

[收稿日期] 20120427(009)

[第一作者] 余昕, 硕士, 实验师, 从事中药鉴定和成分研究, Tel: 0830-3162291, E-mail: yuxin8303@163.com

[通讯作者] *袁叶飞, 博士, 教授, 从事中药有效成分研究, Tel: 0830-3162291, E-mail: yuan_yefei@126.com

[10] 舒任庚, 王光发, 梁新丽, 等. 微波辅助提取与水蒸气蒸馏杭白芷挥发油的比较[J]. 中国药房, 2011, 22(31):2916.

[11] 赵爱红, 杨秀伟, 杨鑫宝, 等. 祁白芷挥发油成分的GC-MS分析[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(5):603.

[12] 马逾英, 王娜, 张利, 等. 亳白芷挥发油成分的气相色谱-质谱联用分析[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(19):2006.

[13] 张翠英, 李振国, 王青晓, 等. 不同加工干燥方法对禹白芷挥发性成分的影响[J]. 中药材, 2008, 31(22):196.

[14] 弥宏, 于敏, 赵东明, 等. 白芷超临界 CO_2 萃取产物化学成分的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(3):22.

[15] 郭巧生. 药用植物栽培学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2009:77.

[16] 周洪语. 榄香烯抗肿瘤作用机制的研究进展[J]. 中国肿瘤临床, 2000, 27(5):392.

[17] 崔利. 酱香型白酒吡嗪类化合物的生成途径及环节[J]. 酿酒, 2007, 34(5):39.

[责任编辑 顾雪竹]

Butylphthalide content in different parts of *L. chuanxiong* is different. Among the three drying methods, oven-drying after sunshine is the optimal one for *L. chuanxiong*.

[Key words] drying methods; *Ligusticum chuanxiong*; butylphthalide; content determination

川芎为伞形科植物川芎的根茎,有活血行气,祛风止痛之功效。川芎的茎和叶称为藜茺,始载于《神农本草经》,占全株鲜重的75%,一般都弃去不用。根据本草记载,藜茺有去风止眩、补肝明目、除涕止唾的功效,用于治疗外感风寒咳逆,除脑中冷,治面上游风,目泪出,多涕唾及诸头风,治雀盲最效,还能治牙痛。据报道,藜茺含有的挥发油成分大部分与根茎相同,只是含量不同^[1]。川芎挥发油中多种苯酞类化合物被证明是川芎中起心脑血管作用的主要成分。其中,丁苯酞是一个对脑缺血性疾病有明显效果而毒副作用低的药物,且已被开发成治疗脑中风的一类新药并于2004年上市^[2-4]。目前对川芎根茎中丁苯酞含量研究报道较少,对川芎其他部位中丁苯酞含量研究作者未见文献报道。

中药材传统的干燥的方法有自然晒干、自然阴干、烘干等^[5],药典规定的川芎干燥方法为除去泥沙,晒后烘干,再去须根^[6]。本文采用高效液相色谱法测定不同干燥方法(自然晒干、晒后烘干和自然阴干)的川芎不同部位(茎、叶和根茎)中丁苯酞的含量,为合理使用川芎的不同部位及选择合理干燥方法提供实验依据。

1 材料

丁苯酞对照品(中国药品生物制品检定所,批号101035-200901,含量 $\geq 98\%$),乙腈(色谱纯,成都市科龙化工试剂厂),醋酸(优级纯,国药集团化学试剂有限公司),甲醇(分析纯,成都金山化学试剂有限公司),纯净水(杭州娃哈哈集团有限公司),川芎,于2011年5月采自四川成都都江堰川芎GAP基地,共采集5批,经泸州医学院生药学教研室税丕先教授鉴定为伞形科植物川芎 *Ligusticum chuanxiong* Hort.。

DHG-9077A型电热恒温干燥箱(上海精宏实验设备有限公司),CQX25-06型超声波清洗器(上海必能信超声有限公司,功率250 W,频率25 kHz),RE-52B型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂),瑞士Precisa电子天平(XR205SM-DR,感量0.000 01 g),中药材粉碎机(浙江武义县屹立工具有限公司),U3000型戴安四元泵全自动进样高效液相色谱仪(美国戴安公司,LPG-3400SD型泵,WPS-3000SL ANALYTICAL自动进样器,TCC-3000RS型柱温箱,VWD-3100型紫

外检测器,Chromeleon6.80色谱管理系统),药典6号筛(河南新乡市同心机械有限责任公司)。

2 方法和结果

2.1 干燥方法

2.1.1 自然晒干 将采收的新鲜川芎平铺于楼顶上,日晒,并上下翻动,及时除去干燥的泥沙,以尽快干燥,至干透后除去须根,分部位分别用密封袋包装,编好批号,贮藏于干燥器内。

2.1.2 晒后烘干 将采收的新鲜川芎平铺于楼顶上,日晒2 d后,置于烘箱内,将烘箱温度控制于40~45℃,在晒和烘的过程中上下翻动,及时除去干燥的泥沙,以尽快干燥,至干透后除去须根,分部位分别用密封袋包装,编好批号,贮藏于干燥器内。

2.1.3 自然阴干 将采收的新鲜川芎平铺于竹匾内,置于室内阴凉通风处,阴干,并上下翻动,及时除去干燥的泥沙,以尽快干燥,至干透后除去须根,分部位分别用密封袋包装,编好批号,贮藏于干燥器内。

2.2 丁苯酞的含量测定

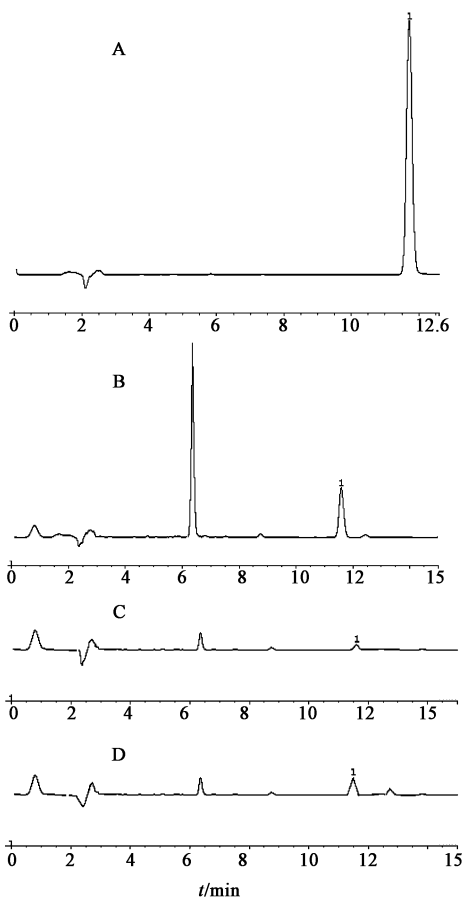
2.2.1 色谱条件 Diamonsil C₁₈色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈-0.4%醋酸(55:45),流速1.0 mL·min⁻¹,检测波长228 nm,柱温25℃,进样量10 μL。

2.2.2 对照品溶液制备 精密称取丁苯酞对照品适量,加甲醇配制成0.515 2 g·L⁻¹的对照品溶液,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 分别取经不同干燥方法处理好的川芎茎、叶、根茎适量,粉碎为过6号筛的细粉。取各样品约1.0 g,精密称定,置于100 mL具塞锥形瓶内,分别加入乙醚50 mL,称重,超声提取25 min,乙醚补重,滤过,取滤液,回收乙醚,乙醚残渣用甲醇完全溶解后精确转移到5 mL棕色量瓶中,用甲醇定容,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.2.4 系统适用性试验 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液各10 μL,注入高效液相色谱仪,记录色谱图,结果见图1。丁苯酞的保留时间约为11.6 min,丁苯酞峰与相邻色谱峰的分度均 > 1.5 ,理论塔板数(以丁苯酞峰计算) $\geq 5 000$ 。

2.2.5 线性关系考察 取2.2.2项下的对照品溶液,分别进样1,2,4,6,8,10 μL,按上述色谱条件测定峰面积,以进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐



A. 丁苯酞对照品; B. 川芎根茎供试品;
C. 川芎叶供试品; D. 川芎茎供试品; 1. 丁苯酞吸收峰

图 1 丁苯酞 HPLC

标绘制标准曲线, 计算标准曲线方程 $Y = 51.833X - 3.656$, $r = 0.9999$ ($n = 6$)。结果表明, 丁苯酞在 $0.5152 \sim 5.1520 \mu\text{g}$ 线性关系良好。定量限: 以 $S/N > 10$ 计, 丁苯酞为 $5.5152 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。标准曲线见图 2。

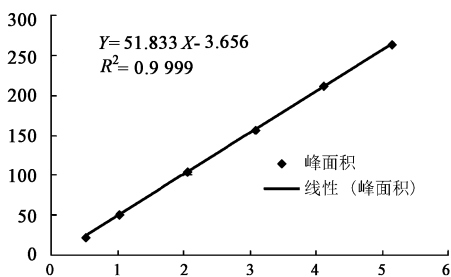


图 2 丁苯酞标准曲线

2.2.6 精密度试验 精密吸取 2.2.2 项下的对照品溶液 $10 \mu\text{L}$, 按上述色谱条件连续进样 6 次, 测得丁苯酞峰面积 RSD 0.29%, 表明仪器精密度良好。

2.2.7 重复性试验 取同一批晒后烘干的根茎

(批号 1105232) 6 份, 按 2.2.3 项下制备成供试品溶液, 分别进样 $10 \mu\text{L}$, 测得色谱峰面积, 计算丁苯酞的平均含量为 0.2249%, RSD 1.15%, 表明本方法重复性良好。

2.2.8 稳定性试验 取同一批晒后烘干的根茎(批号 1105232), 按 2.2.3 项下制备方法制成供试品溶液, 置冰箱中保存, 分别于配制后 0, 4, 8, 12, 24, 36, 48 h 精密进样 $10 \mu\text{L}$, 测得色谱峰面积, 计算丁苯酞的平均含量为 0.2251%, RSD 1.44%, 结果见表 4, 表明供试品溶液 48 h 内稳定性良好。

2.2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的晒后烘干的根茎(批号 1105232, 丁苯酞含量为 0.2250%) 9 份, 每份约 0.5 g, 分别加入一定量的丁苯酞对照品, 按 2.2.3 项下制备方法制备供试品溶液, 按 2.2.1 项色谱条件进行测定, 计算加样回收率。结果见表 1。

表 1 丁苯酞加样回收率试验

No.	称样量 /g	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.5314	1.1956	0.8898	2.0962	101.2		
2	0.5264	1.1844	0.8898	2.0751	100.1		
3	0.5137	1.1558	0.8898	2.0358	98.89		
4	0.4876	1.0971	1.1123	2.2161	100.6		
5	0.4943	1.1122	1.1123	2.2367	101.1	100.1	1.10
6	0.4964	1.1169	1.1123	2.2336	100.4		
7	0.5132	1.1547	1.3348	2.4594	97.75		
8	0.5367	1.2076	1.3348	2.5423	100.0		
9	0.5478	1.2326	1.3348	2.5740	100.5		

2.2.10 样品的含量测定 分别将 5 批样品按 2.2.3 项方法进行提取, 按 2.2.1 项色谱条件进行测定, 每批样品测定 3 次, 以外标法计算各样品中丁苯酞的含量, 并应用 SPSS 17.0 统计软件单因素方差分析方法对结果进行分析。结果表明: 对于同一种干燥方法, 根茎、茎和叶 3 个部位中丁苯酞的含量以根茎的含量最高, 茎次之, 叶最少, 且根茎分别与茎和叶比较, 均有极显著性差异 ($P < 0.01$); 对于不同的干燥方法, 根茎、茎和叶 3 个部位的丁苯酞以晒后烘干法的含量最高, 自然阴干次之, 自然晒干最少, 且晒后烘干分别与自然阴干和自然晒干比较, 均有极显著性差异 ($P < 0.01$)。结果见表 2。

3 讨论

本文曾分别考察了超声提取法、回流提取法和

表2 不同干燥方法对川芎不同部位
丁苯酞含量的影响($\bar{x} \pm s, n = 15$)

干燥方法	部位		
	叶	茎	根茎
自然阴干	0.028 3 ± 0.001 5	0.064 9 ± 0.001 5	0.181 7 ± 0.002 1 ^{1,2)}
自然晒干	0.027 8 ± 0.001 2	0.036 3 ± 0.001 3	0.116 6 ± 0.011 4 ^{1,2)}
晒后烘干	0.032 3 ± 0.001 6 ^{3,4)}	0.101 2 ± 0.001 9 ^{3,4)}	0.226 3 ± 0.008 1 ^{1,23,4)}

注:同一干燥方法与叶比较¹⁾ $P < 0.01$;与茎比较²⁾ $P < 0.01$;不同干燥方法,与自然阴干比较,³⁾ $P < 0.01$;与自然晒干比较,⁴⁾ $P < 0.01$ 。

水蒸气蒸馏法3种提取方法。结果表明,超声提取法的根茎、茎和叶中的丁苯酞含量最高。同时对比考察了超声溶剂甲醇和乙醚^[7],结果表明,样品用乙醚超声提取的含量更高。

本文流动相考察了乙腈-0.4%醋酸的不同比例、流速及柱温,结果表明,乙腈和0.4%醋酸的比例为55:45,流速为1.0 mL·min⁻¹,柱温为25℃时样品中丁苯酞与其他组分色谱峰得到较好分离。

川芎茎、叶、根茎中均含有丁苯酞,对于同一种干燥方法,各部位丁苯酞的含量顺序均为根茎 > 茎 > 叶。且川芎根茎中丁苯酞的含量明显高于茎和叶,为传统使用根茎入药进一步提供了实验依据。

自然阴干、自然晒干和晒后烘干这3种不同的干燥方法,对根茎、茎和叶而言,晒后烘干法干燥的样品中丁苯酞的含量均明显高于自然阴干法和自然晒干法干燥的样品中丁苯酞的含量。因此,对川芎全株而言,宜选用晒后烘干的干燥方法。

川芎的主要有效成分有丁苯酞、阿魏酸和藁本内酯等,笔者除测了各样品中丁苯酞的含量外,另行测定了各部位中阿魏酸和藁本内酯的含量,并分别进行了比较,所得结论与本文基本一致,阿魏酸和藁本内酯在根茎中的含量最高,晒后烘干法均明显优于自然阴干法和自然晒干法^[8]。

[参考文献]

- [1] 贾绿琴,孙秀英. 中药川芎的研究进展[J]. 黑龙江科技信息,2009,(11):146.
- [2] 舒勤奋,刘小利,姜寿峰,等. 丁苯酞增强脑缺血耐受的实验研究[J]. 中国医院药学杂志,2008,28(15):1274.
- [3] 鄢秀芬,詹瑾,黄叶宁,等. 丁苯酞的药理作用与临床评价[J]. 中国医院药学杂志,2008,28(17):1498.
- [4] 刘玫琦,李振坤,杨洪军,等. 伞形科中药中部分单体成分的血管活性研究现状[J]. 中国实验方剂学杂志,2008,14(6):74.
- [5] 卫莹芳. 中药鉴定学[M]. 上海:上海科学技术出版社,2010:25.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:38.
- [7] 单进军,狄留庆,罗兴洪,等. RP-HPLC法测定川芎中丁基苯酞[J]. 中草药,2006,37(2):281.
- [8] 余昕,朱焯,张春,等. 不同干燥方法对川芎不同部位阿魏酸含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(6):100.

[责任编辑 顾雪竹]

欢迎订阅 2013 年《中国中医药信息杂志》

《中国中医药信息杂志》是由国家中医药管理局主管、中国中医科学院中医药信息研究所主办的中医药学术期刊。本刊立足于行业报道的前沿,关注相关的政策动态,跟踪报道中医药重大课题,及时分析报道中医药的新政策、新技术、新发明、新成果、新疗法,努力使信息的选择与表达方式能够充分体现中医药发展水平,为广大读者提供一流的信息服务。

《中国中医药信息杂志》1994年创刊,2002年,被中国科学技术信息研究所的“中国科技论文统计源期刊”收录,成为中国科技核心期刊。随着期刊影响力的不断提升,已被波兰《哥白尼索引》、美国《化学文摘》、美国《乌利希期刊指南》、《世界卫生组织西太平洋地区医学索引》及英国《农业与生物科学研究中心文摘》、英国《全球健康》等国际检索系统收录。

《中国中医药信息杂志》是中医药行业一本独具特色的学术期刊,其内容较全面地反映了我国中医药发展水平。主要栏目有:中医动态、中医药发展论坛、专题论坛、改革与管理、中医药信息学、研究与进展、论著、实验研究、流行病学调查、质量标准研究、制剂与工艺、中药研究与开发、临床报道、专家经验、临证心得、思路与方法、中医教育、医院药学等。

《中国中医药信息杂志》为月刊,大16开国际开本,112页,国内外公开发行,每册定价10元,全年120元。国内邮发代号:82-670;国外代号:M4564。也可直接汇款至本刊编辑部订阅。地址:北京市东直门内南小街16号《中国中医药信息杂志》编辑部 邮编:100700 电话:010-64014411-3278 E-mail:Lxx@mail.cintcm.ac.cn