

# 射干伪品中柠檬黄与日落黄的研究

王祥红<sup>1,2\*</sup>, 谢培山<sup>2</sup>

(1. 丽珠集团丽珠医药研究所, 广东 珠海 519020;  
2. 广东优力生物科技有限公司, 广东 510000)

**[摘要]** 目的: 鉴别并测定伪品射干中水溶性色素柠檬黄与日落黄。方法: 采用薄层色谱法和高效液相色谱法二极管阵列检测鉴别并定量测定样品中的柠檬黄与日落黄。结果: 伪品射干中可检出柠檬黄与日落黄, HPLC 法测定柠檬黄含量为 0.11~0.37 g·kg<sup>-1</sup>, 日落黄含量为 0.04~0.11 g·kg<sup>-1</sup>。结论: 以川射干或其他伪品用柠檬黄与日落黄染色作为射干销售, 即无必要, 又曾加临床使用不安全因素, 值得相关药品研究与生产单位注意。

**[关键词]** 射干; 川射干; 伪品; 色素; 柠檬黄; 日落黄

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)14-0108-03

## Study of Lemon Yellow and Sunset Yellow in Adulterated Rhizoma Belamcandae

WANG Xiang-hong<sup>1,2\*</sup>, XIE Pei-shan<sup>2</sup>

(1. Livzon (group) Pharmaceutical Research Institute, Zhuhai 519020, China;  
2. Guangdong Union Biotechnological Development Co. Ltd, Guangzhou 510000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To identify and assay of watersoluble dyestuff-lemon yellow and sunset yellow in Adulterated Rhizoma Belamcandae. **Method:** Use TLC for identification and HPLC-DAD for identification and assay lemon yellow and sunset yellow. **Result:** Both TLC and HPLC-DAD can identify lemon yellow and sunset yellow in Adulterated Rhizoma Belamcandae, and HPLC detection indicate the content of lemon yellow between 0.11-0.37 g·kg<sup>-1</sup>, and sunset yellow between 0.04-0.11 g·kg<sup>-1</sup>. **Conclusion:** Staining Iridis kectori khizoma or other adulterants with lemon yellow and sunset yellow as Rhizoma Belamcandae for sales is not only unnecessary, but also increase unsafe factors in clinic. It is necessary to pay attention to about this by relative medicine researcher and manufactory.

**[Key words]** Rhizoma Belamcandae; Iridis Tectori Rhizoma; adulterant; dyestuff; lemon yellow; sunset yellow

射干具有清热解毒、消痰、利咽之功效, 现代研究证明其有体内外抑菌作用<sup>[1]</sup>, 常用于治疗呼吸系统复方中药制剂<sup>[2]</sup>。正品射干为鸢尾科植物射干 *Belamcanda chinensis* 的干燥根茎, 另有同属植物鸢尾 *Iris tectorun* 为地区习用品, 《中国药典》2010 年版一部称川射干, 功效与正品射干一致。文献记

载<sup>[3-4]</sup>与调查表明, 前者在全国范围内流通使用, 后者主要在四川、重庆等地使用。二者性状上的主要区别在于射干断面呈黄色, 而川射干灰白色, 作者在研究中发现部分射干样品虽呈黄色, 但水淋洗液显黄色, 与正品不同, 疑似川射干或其他植物根茎被水溶性黄色素染色, 经进一步针对性研究, 采用 TLC 与 HPLC 分别对其柠檬黄与日落黄进行了鉴别与定量研究。

### 1 材料

超声处理器 (35 kHz, 360 W), Linomat 5 型薄层半自动点样仪, Reprostar 3 型薄层色谱成像仪,

[收稿日期] 20110816(013)

[通讯作者] \* 王祥红, 主管中药师, 从事药品质量及中药工艺研究, Tel: 0756-8135122, E-mail: wch835@126.com

Agilent 1100 型液相色谱系统(含化学工作站、在线脱气机、自动进样器、柱温箱、DAD 检测器)。乙醇、正丁醇、丙酮、氨水、乙酸氨等试剂均为分析纯,购自广州化学试剂厂,甲醇为色谱醇(Merck),水为超纯水,柠檬黄(批号 060721)与日落黄(批号 060516)对照品购自上海市染料研究所。

伪品射干共 5 批,经作者对药材性状及 HPLC 指纹图谱分析,其中 4 批为川射干,分别购珠海(1 批)、武汉(1 批)药店及安徽亳州药材市场(2 批);1 批购自西安某饮片厂,水提液可见少量持久的泡沫,薄层色谱可检出薯蓣皂苷类成分,水解液有皂苷元反应,应为薯蓣科某植物的根茎。

## 2 方法

**2.1 薄层色谱鉴别** 对照品溶液的制备:分别称取柠檬黄与日落黄对照品,加 50% 乙醇制成每 1 mL 含 1.0 mg 的溶液,即得。

供试品溶液制备:参照文献[5]方法,取样品粗粉约 5 g,精密称定,置三角瓶中,加水 50 mL 超提取 5 min,抽滤,取水液加柠檬酸溶液( $0.2 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )与饱和碳酸钠溶液调 pH 6,加热至  $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,将 2 g 聚酰胺粉(60~100 目)加少许水调成糊状,倒入水提液中,搅拌片刻,以 G3 垂溶漏斗抽滤,用  $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$  pH 为 4 的水溶液洗涤 3~5 次,然后用甲醇-甲酸混合溶液(60:40)洗涤 3~5 次,再用水洗至中性,用无水乙醇-氨水-水混合溶液(7:2:1)10 mL 分次解吸,收集解吸液,加乙酸中和,水浴蒸至近干,残渣加 50% 乙醇溶解并制成 1 mL 的溶液,即得。

薄层色谱条件:硅胶高效预制薄层板(德国 MN),条带状点样  $5 \mu\text{L}$ ,条带宽度 8 mm。点样后薄层板置  $\text{P}_2\text{O}_5$  干燥器中真空干燥 1 h;正丁醇-丙酮-氨水-水(3:3:1:1)展开,展距 6 cm。展开后,挥去溶剂,置日光下检视。

**2.2 高效液相色谱鉴别及含量测定**<sup>[5]</sup>

**2.2.1 对照品溶液的制备** 分别称取柠檬黄与日落黄对照品溶 0.1 g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,再精密量取此液 1 mL,加水稀释至 50 mL,摇匀,即得。

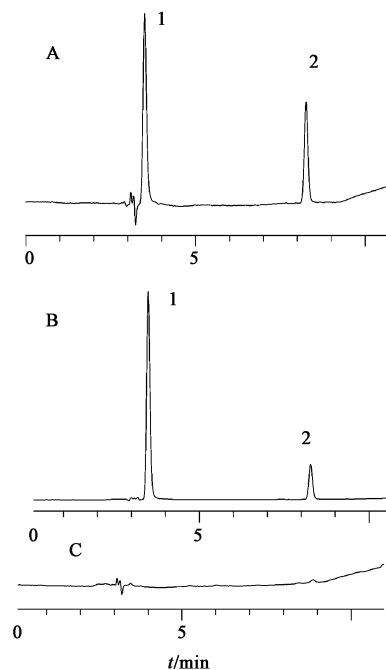
**2.2.2 供试品溶液的制备** 按薄层色谱供试液制备方法,至“……收集解吸液,加乙酸中和,水浴蒸至近干”,残渣加水溶解,并制成 5 mL 的溶液,通过孔径为  $0.45 \mu\text{m}$  微孔滤膜,取续滤液即得。

**2.2.3 色谱条件** YWG- $\text{C}_{18}$  色谱柱( $4.6 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ ,  $10 \mu\text{m}$ )。流动相 A(甲醇)-B [ $0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  乙酸氨(pH 4)]。线性梯度洗脱(0 min, 20% A; 5

min, 35% A; 12 min, 98% A; 15 min, 98% A B)。运行时间 18 min,柱温  $30 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,流速  $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。检测波长 254 nm,进样量  $10 \mu\text{L}$ 。

## 3 结果与分析

薄层色谱可见在对照品柠檬黄与日落黄相应位置,5 批染色均可检出柠檬黄,4 批样品可检出日落黄,而薄层色谱示其中 1 批川射干可检出另一未知色素成分。经 HPLC-DAD 紫外光谱检查,相应位置样品峰的光谱与对照品峰一致(图 1),从而证实了样品水溶性色素的存在。各样品的含量见表 1。



A. 对照品, B. 染色样品, C. 未染色样品  
1. 日落黄, 2. 柠檬黄

图 1 伪品射干 HPLC

表 1 染色样品柠檬黄与日落黄含量  $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$

品名	来源	柠檬黄	日落黄
染色川射干	武汉	0.13	0.06
染色川射干	珠海	0.11	0.04
染色川射干	亳州	0.31	0.07
染色川射干	亳州	0.11	-
染色伪品射干	西安	0.37	0.11

## 4 讨论

柠檬黄与日落黄均为常用水溶性合成色素,是常用的食品染色剂之一,其不同食品种类中的使用限量不同,最高使用限量均为  $0.5 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$ <sup>[6]</sup>,通常而言,两种染色剂在常规用量下是安全的,但对敏感人(如对阿司匹林过敏者)而言,少量柠檬黄即可能产生变态反应(包括支气管哮喘),因此在美国,使

# HPLC 同时测定“三热论”方各纯化部位中药根碱、表小檗碱、黄连碱、巴马汀和小檗碱的含量

皮文霞\*, 朱鑫仙, 方婷, 赵冕  
(南京中医药大学药学院, 南京 210046)

**[摘要]** 目的:测定“三热论”方各纯化部位中药根碱、表小檗碱、黄连碱、巴马汀和小檗碱的含量。方法:“三热论”复方经 HPD 400 大孔树脂,分别用 10%、30%、60%、90% 的乙醇洗脱后,采用 HPLC 测定 4 个洗脱部位中 5 种生物碱的含量。结果:HPD 400 大孔树脂纯化后,30% 乙醇洗脱部位生物碱含量最高。结论:大孔树脂纯化法简单易行,30% 纯化部位经 HPLC 检测,其中生物碱含量最高,为有效部位筛选奠定了基础。

**[关键词]** “三热论”方; 药根碱; 表小檗碱; 黄连碱; 巴马汀; 小檗碱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)14-0110-04

## Simultaneous Determination of Jatrorrhizine, Epiberberine, Coptisine, Palmatine and Berberine Hydrochloride in Purification Parts of ‘Sanrelun’ Compound Decoction by HPLC

PI Wen-xia\*, ZHU Xin-xian, FANG Ting, ZHAO Mian

(School of Pharmacy, Nanjing University of Traditional Chinese Medicine, Nanjing 210046, China)

**[Abstract]** **Objective:** To determination of jatrorrhizine, epiberberine, coptisine, palmatine and

**[收稿日期]** 20110920(002)

**[通讯作者]** \* 皮文霞,副教授,从事中药物质基础研究及新药开发, Tel:025-85811512, E-mail: piwenxia@163.com

用柠檬黄的处方药标签上被要求明示这种不良反应发生的可能<sup>[7]</sup>。本实验测得染色样品中色素含量已超过多数种类食品中的限量<sup>[6]</sup>,因此会临床使用带来一定风险。

本研究收集的所有 30 余批射干样品中,正品射干均未染色,5 批伪品中 4 批均为川射干,说明川射干是射干的主流伪品。从染色样品的地区分布看,染色样品均是从没有使用习惯的广东、安徽等地收集,说明染色的目的是将其染黄使之能在市场上作为射干顺利销售。鉴于川射干已经收入 2010 年版《中国药典》,其功效也与射干一致,射干苷含量远高于射干,完全可以在全国范围内合法流通。将川射干染色充射干使用,增加了药物安全性方面的风险,有害无益,值得相关药品研究与生产单位注意。

### [参考文献]

[1] 秦文艳,赵金明,齐越,等.射干提取物体内体外抑菌作用的研究[J].中国实验方剂学杂志,2011,17

(4):147.

- [2] 蔡鹰,余国祥.复方桔梗袋泡茶质量标准的研究[J].中国实验方剂学杂志,2006,12(4):16.
- [3] 蔡少青,王旋.常用中药材品种整理和质量研究.北方编.第 6 册[M].北京:北京医科大学出版社,2003:334.
- [4] 秦民坚,徐国钧,徐珞珊,等.射干类药材商品调查和鉴定[J].基层中药杂志,1998,12(2):15.
- [5] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009.35-2003 食品中合成着色剂的测定[S].北京:中国标准出版社,2004:275.
- [6] 中华人民共和国卫生部. GB 2760-2007 食品添加剂使用卫生标准[S].北京:中国标准出版社,2008:52.
- [7] [美] R. C. 罗, P. J. 舍斯基, P. J. 韦勒. 药用辅料手册[M]. 4 版. 郑俊民译. 北京:化学工业出版社,2004:200.

[责任编辑 顾雪竹]