

# 不同干燥方法对川芎不同部位阿魏酸含量的影响

余昕, 朱焯, 张春, 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阿魏酸含量的影响。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阿魏酸的含量。结果: 阿魏酸在进样量 0.005 74 ~ 0.918 4  $\mu\text{g}$  与峰面积呈良好的线性关系 ( $r = 0.999 9$ ), 定量限为 0.114 8  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ , 平均回收率为 100.7%, RSD 1.07% ( $n = 9$ )。川芎不同部位阿魏酸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阿魏酸含量影响不同。结论: 川芎不同部位的阿魏酸含量不同; 川芎根茎不宜选用自然晒干的干燥方式, 全株宜选用晒后烘干的干燥方式。

**[关键词]** 干燥方法; 川芎; 阿魏酸; 含量测定

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)06-0100-04

## Effect of Different Dry Methods on Ferulic Acid in Different Parts of *Ligusticum chuanxiong*

YU Xin, ZHU Ye, ZHANG Chun, YUAN Ye-fei\*  
(Luzhou Medical College, Luzhou 646000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the effect of different dry methods on ferulic acid in different parts of *Ligusticum chuanxiong*. **Method:** The content of ferulic acid in *L. chuanxiong* from different dry methods and different parts was determined by HPLC. **Result:** There was a good linear relationship between ferulic acid and peak area when the sample injection was from 0.005 74-0.918 4  $\mu\text{g}$  ( $r = 0.999 9$ ); the quantification limit was 0.114 8  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ; the average recovery was 100.7%, and RSD was 1.07% ( $n = 9$ ). The ferulic acid content in different parts of *L. chuanxiong* arranged in descending order was: rhizome > stem > leaf. Different dry methods

**[收稿日期]** 20111031(011)

**[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, 副教授, 从事中药有效成分研究, Tel: 0830-3162291, E-mail: yuan\_yefei@126.com

- [5] 苏苏, 王勇, 燕吉敏, 等. 反相 HPLC 法测定不同产地黄芩中黄芩苷的含量[J]. 复旦学报: 自然科学版, 2002, 41(6): 714.
- [6] 杨立新, 刘岱, 冯学锋, 等. 高效液相色谱法测定不同产地黄芩中黄酮化合物的含量[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(3): 166.
- [7] 魏东华, 李林章, 陈淑欣, 等. 不同土壤营养条件对黄芩苷含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(12): 56.
- [8] 曲中原. 野生与栽培黄芩中总黄酮及黄芩苷含量的比较研究[J]. 黑龙江医药, 2009, 22(3): 240.
- [9] 张永清, 张春风, 李佳. 黄芩植株体内黄芩苷积累规律及其影响因素研究进展[J]. 中华中医药学刊, 2009, 27(5): 914.
- [10] 武焯, 苏亮, 胡宇莉, 等. 不同产地黄芩中黄芩苷含量的对比研究[J]. 安徽农学通报, 2011, 17(7): 175.
- [11] Fuglevand G, Jackson J A, Jenkins G I. UV-B, UV-A, and blue light signal transduction pathways interact synergistically to regulate chalcone synthase gene expression in *Arabidopsis*[J]. Plant Cell, 1996, 8(12): 2347.
- [12] 陈顺钦, 黄璐琦, 袁媛, 等. 光照对黄芩悬浮细胞内源激素与有效成分相关性的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(4): 72.
- [13] 邵玺文, 韩梅, 韩忠明, 等. 水分供给量对黄芩生长与光合特性的影响[J]. 生态学报, 2006, 26(10): 3214.

[责任编辑 邹晓翠]

had different influence on the ferulic acid content in different parts of *L. chuanxiong*. **Conclusion:** Ferulic acid content in different parts of *L. chuanxiong* is different. Sunshine is not suitable for rhizome, oven-drying after sunshine is suitable for *L. chuanxiong*.

[**Key words**] dry methods; *Ligusticum chuanxiong*; ferulic acid; 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。据药典记载,川芎的干燥方法为除去泥沙,晒后烘干,再去须根<sup>[1]</sup>。川芎的茎和叶称为藜茺,始载于《神农本草经》,有祛风止眩、补肝明目、除涕止唾的功效。藜茺占川芎全株鲜重的75%,一般都弃去不用。据报道,其主要有效成分与根茎的主要有效成分基本相似,只是含量不同<sup>[2]</sup>。

阿魏酸是川芎的主要有效成分之一,是目前评价川芎质量的重要标准之一。现有研究多为对川芎根茎及川芎复方制剂中阿魏酸的含量测定<sup>[3-4]</sup>,没有对川芎其他部位中阿魏酸的含量研究,更未见不同干燥方法对川芎不同部位中阿魏酸含量影响的研究报道。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)中阿魏酸的含量,为合理使用川芎的不同部位提供实验依据。

## 1 材料

**1.1 试药** 阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号110773-201012),甲醇(分析纯,成都金山化学试剂有限公司),甲醇(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),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.。

**1.2 仪器** 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),瑞士Precisa(XR205SM-DR型电子天平感量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,Chromeleon 6.80色谱管理系统),旋转蒸发器(RE-52B型,上海亚荣生化仪器厂),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 阿魏酸的含量测定

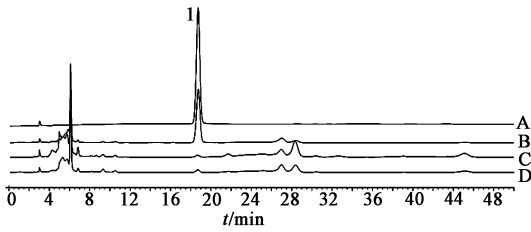
**2.2.1 色谱条件** 色谱柱 Diamonsil C<sub>18</sub>(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-0.4%醋酸(35:65),流速0.8 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长321 nm,柱温25℃,进样量10 μL。

**2.2.2 对照品溶液制备** 精密称取阿魏酸对照品5.74 mg,置于50 mL棕色量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得0.114 8 g·L<sup>-1</sup>的对照品储备溶液。

**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,粉碎为过六号筛的细粉。取各样品约5.0 g,精密称定,置于100 mL具塞锥形瓶内,各加入甲醇50 mL,浸泡24 h后,超声提取30 min,放冷至室温,滤过,收集滤液,残渣加甲醇40 mL,超声提取15 min,放冷至室温,滤过,收集滤液,残渣再加甲醇30 mL,超声提取10 min,放冷至室温,滤过,收集滤液,残渣洗涤3次,合并滤液及洗涤液,用旋转蒸发器回收甲醇至干,残渣用甲醇溶解并定容至50 mL,精密吸取上述溶液2 mL,置于5 mL棕色量瓶中,用甲醇稀释至刻度,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。阿魏酸的保留时间约为

18.7 min,阿魏酸峰与相邻色谱峰的分离度均 > 1.5,理论塔板数(以阿魏酸峰计算)不小于 5 000。



A. 阿魏酸对照品; B. 川芎根茎供试品; C. 川芎叶供试品;  
D. 川芎茎供试品; 1. 阿魏酸

图 1 川芎根茎、叶及茎的 HPLC

**2.2.5 线性关系考察** 精密吸取 2.2.2 项下的对照品储备液,用甲醇稀释成 0.574, 1.148, 5.74, 11.48, 45.92, 68.88, 91.84 mg·L<sup>-1</sup> 的对照品溶液,按上述色谱条件进样 10 μL,测定峰面积,以进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,计算标准曲线方程  $Y = 132.35X - 0.0189$  ( $r = 0.9999$ )。结果表明,阿魏酸在 0.00574 ~ 0.9184 μg 线性关系良好。定量限以 S/N > 10 计,阿魏酸为 0.1148 mg·L<sup>-1</sup>。

**2.2.6 精密度试验** 精密吸取质量浓度

11.48 mg·L<sup>-1</sup> 的对照品溶液 10 μL,按上述色谱条件连续进样 6 次,测得阿魏酸峰面积 RSD 0.39%。试验结果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 1105532)6 份,按 2.2.3 项下制备成供试品溶液,分别进样 10 μL,测得色谱峰面积,计算阿魏酸的平均含量为 0.2047%,RSD 1.50%。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 1105532),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, 2, 4, 6, 8, 12, 24 h 精密进样 10 μL,测得色谱峰面积,计算阿魏酸的平均含量为 0.2054%,RSD 1.53%。结果表明供试品溶液放置于冰箱中保存,24 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 1105532,阿魏酸含量为 0.205%)9 份,每份约 2.5 g,分别加入一定量的阿魏酸对照品,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 阿魏酸加样回收率试验 (n=9)

No.	称样量/g	样品中含量/mg	加入量/mg	测定量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	2.5413	5.2097	4.0940	9.3114	100.2		
2	2.5115	5.1486	4.0940	9.3158	101.8		
3	2.5057	5.1367	4.0940	9.2126	99.57		
4	2.5016	5.1283	5.1169	10.3271	101.6		
5	2.4948	5.1143	5.1169	10.2364	100.1	100.7	1.07
6	2.4988	5.1225	5.1169	10.3111	101.4		
7	2.5237	5.1736	6.1403	11.2445	98.87		
8	2.5142	5.1541	6.1403	11.3988	101.7		
9	2.5487	5.2248	6.1403	11.4572	101.5		

**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阿魏酸的含量,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 个部位中阿魏酸的含量以根茎最多,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,晒后烘干和自然阴干的根茎中的阿魏酸含量分别与自然晒干的根茎中的阿魏酸含量比较,均有极显著性差异( $P < 0.01$ )。结果见表 2 ~ 3。

### 3 讨论

本文所测阿魏酸为川芎各部位中的游离阿魏酸。笔者除测了各样品中游离阿魏酸含量以外,另行测定了各样品中藁本内酯和丁基苯酞的含量,并分别进行了比较,所得结论与本文基本一致。提取方法对比考察了超声提取法和回流提取法。结果表明,超声提取法的根茎、茎和叶中的阿魏酸含量较高。对比考察了样品加甲醇直接超声提取和加甲醇浸泡 24 h 后超声提取,结果表明,浸泡 24 h 后再超声提取,阿魏酸提取率更高。因此最终采用加甲醇浸泡 24 h 后超声提取。

表2 川芎不同部位不同干燥方法后阿魏酸含量( $n=15$ )

部位	自然晒干			自然阴干			晒后烘干		
根茎	0.181 7	0.182 5	0.181 5	0.194 0	0.198 2	0.193 5	0.190 6	0.192 5	0.194 6
	0.130 8	0.131 2	0.132 4	0.172 2	0.170 2	0.175 8	0.227 5	0.215 1	0.211 6
	0.134 0	0.133 7	0.133 4	0.222 6	0.222 2	0.222 5	0.231 6	0.230 4	0.230 1
	0.183 2	0.183 1	0.184 1	0.160 8	0.160 8	0.160 4	0.201 7	0.202 7	0.200 2
	0.140 8	0.141 5	0.140 5	0.218 2	0.218 5	0.218 8	0.172 4	0.172 8	0.172 7
茎	0.011 6	0.011 6	0.011 4	0.010 6	0.010 6	0.010 5	0.012 2	0.012 5	0.012 7
	0.014 2	0.014 3	0.014 6	0.008 5	0.008 5	0.008 8	0.015 0	0.015 1	0.015 0
	0.008 5	0.008 2	0.008 2	0.008 9	0.008 9	0.008 8	0.009 8	0.009 4	0.010 3
	0.012 6	0.012 7	0.012 9	0.005 6	0.005 6	0.005 8	0.014 1	0.013 8	0.014 0
叶	0.009 5	0.009 6	0.009 4	0.006 4	0.006 4	0.006 4	0.008 9	0.008 7	0.008 8
	0.001 4	0.001 4	0.001 5	0.002 8	0.002 8	0.002 8	0.003 4	0.003 4	0.003 4
	0.001 1	0.001 2	0.001 1	0.001 2	0.001 1	0.001 2	0.001 2	0.001 1	0.001 2
	0.001 2	0.001 2	0.001 1	0.002 1	0.002 1	0.002 0	0.004 9	0.004 9	0.004 9
	0.001 8	0.001 8	0.001 8	0.002 4	0.002 3	0.002 3	0.001 8	0.001 7	0.001 8
	0.001 3	0.001 2	0.001 3	0.001 6	0.001 6	0.001 6	0.003 8	0.003 8	0.003 8

表3 不同干燥方法对川芎不同部位阿魏酸含量的影响( $\bar{x} \pm s, n=15$ )

干燥方法	部位		
	茎	叶	根茎
自然晒干	0.011 ± 0.020	0.001 ± 0.019	0.154 ± 0.024 <sup>1,2)</sup>
自然阴干	0.008 ± 0.018	0.002 ± 0.015	0.194 ± 0.025 <sup>1,2,3)</sup>
晒后烘干	0.012 ± 0.025	0.003 ± 0.017	0.203 ± 0.021 <sup>1,2,3)</sup>

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

本文流动相考察了甲醇-0.4%醋酸的不同比例、流速及柱温,结果表明,甲醇-0.4%醋酸的比例(35:65),流速 $0.8 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ,柱温 $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 时样品中阿魏酸的出峰时间较为合适,且与其他组分色谱峰得到较好分离。川芎茎、叶、根茎中均含有阿魏酸,对于同一种干燥方法,各部位阿魏酸的含量顺序均为根茎>茎>叶,且川芎根茎中阿魏酸的含量明显

高于茎和叶,这与传统使用根茎入药是一致的。

自然阴干、自然晒干和晒后烘干对川芎茎和叶中阿魏酸的含量影响不大,对根茎中阿魏酸的含量有一定影响,根茎选择自然阴干和晒后烘干均明显优于自然晒干法。

#### [参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:38.
- [2] 贾绿琴,孙秀英.中药川芎的研究进展[J].黑龙江科技信息,2009,13(11):146.
- [3] 李丽,张村,肖永庆,等.川芎饮片产地加工可行性探索[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(3):24.
- [4] 王雁梅,康红珏,刘春杰,等.高效液相色谱法测定当归-川芎药对配伍复方中阿魏酸的含量[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(7):61.

[责任编辑 邹晓翠]