

## 基于药效物质基础的肉桂和赤石脂相畏研究

姜超, 孟宪生\*, 包永睿, 康廷国

(辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600)

**[摘要]** 目的: 采用 HPLC 测定肉桂单煎液和肉桂与赤石脂不同比例配伍合煎液的水提液和挥发油中肉桂酸和肉桂醛的含量, 从药效物质基础变化研究赤石脂对肉桂的相畏作用。方法: 取肉桂, 肉桂 1:1 配伍赤石脂和肉桂 1:3 配伍赤石脂 3 组药材, 采用加热回流提取和挥发油提取法同时提取, 同时收集水提液和挥发油两组成分, 对提取成分采用 HPLC 分析。采用 Phenomenex-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 30 °C, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 254 nm, 流动相乙腈 (A)-0.1% 磷酸 (B), 二元线性梯度洗脱 0~30 min, 90% B~65% B (10% A~35% A); 30~50 min, 65% B (35% A) 的条件, 测定水提液中肉桂酸和肉桂醛的含量。采用 Phenomenex-C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 30 °C, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 280 nm, 流动相乙腈 (A)-0.1% 磷酸 (B), 0~30 min, 65% B (35% A) 的条件, 测定挥发油中肉桂醛的含量。结果: 肉桂 1:1 配伍赤石脂及肉桂 1:3 配伍赤石脂水提液中肉桂酸的含量照单煎肉桂药材分别下降 30.71%, 53.54%, 未检测到肉桂醛。挥发油中肉桂醛含量分别下降 7.21%, 75.89%。结论: 肉桂与赤石脂配伍后肉桂酸和肉桂醛含量均下降, 且下降程度与赤石脂比例有关。

**[关键词]** 相畏配伍; 肉桂; 赤石脂; 肉桂酸; 肉桂醛; 高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)12-0099-03

## Based on Pharmacodynamic Material Base of Cinnamon and Red Halloysite Phase Fear Research

JIANG Chao, MENG Xian-sheng\*, BAO Yong-rui, KANG Ting-guo

(College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

**[Abstract]** **Objective:** Determined by HPLC method cinnamon single Fried fluid and cinnamon and red halloysite different proportion of gegenqinlian decoction of liquid water extraction fits the liquid and naphtha in cinnamic acid and cinnamaldehyde content, material basis from the pharmacodynamic changes of Chishizhi Wei on the role of the phase of cinnamon. **Method:** Take the cinnamon, cinnamon drew red halloysite and cinnamon compatibility of purified red halloysite three groups of compatibility of medicinal herbs, adopt heating reflux extraction and volatile oil extraction meanwhile extraction and collected water extraction liquid and naphtha two composition points, to extract use HPLC analysis. Adopt chromatographic column: Phenomenex-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), column temperature 30 °C, velocity was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, detected wavelength was 254 nm, mobile phase was acetonitrile (A)-0.1% phosphate (B), binary linear gradient elution 0-30 min, 90% B-65% B (10% A-35% A); 30-50 min, 65% B (35% A) conditions, determination of water extraction fluid cinnamic acid and cinnamaldehyde content. Adopt chromatographic column: Phenomenex-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), column temperature was 30 °C. Velocity was 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, detected wavelength was 280 nm, mobile phase was acetonitrile (A)-0.1% phosphate (B), 0-30 min, 65% B (35% A) conditions, determination of cinnamaldehyde content of volatile oil. **Result:** Cinnamon drew compatibility red halloysite and cinnamon purified water extract-alcohol

**[收稿日期]** 20110120(013)

**[第一作者]** 姜超, 硕士, Tel: 0411-87406496, E-mail: jiangchao850106@sina.com

**[通讯作者]** \* 孟宪生, 博士, 研究方向: 中药组分配伍、代谢组学及药品质量分析, Tel: 0411-87406496, E-mail: mxsvvv@126.com

compatibility red halloysite in liquid cinnamic acid content of single Fried cinnamon herbs according to drop respectively 30.71%, 53.54%, cinnamaldehyde not detected. Volatile oil of cinnamaldehyde content decreased respectively 7.21%, 75.89%. **Conclusion:** Cinnamon and red halloysite after cinnamic acid and compatibility of cinnamaldehyde content decreased, and drop extent with relevant red halloysite percentage.

[**Key words**] fear of phase compatibility of Chinese crude drugs; cinnamon; red halloysite; cinnamic acid cinnamaldehyde; HPLC

肉桂为樟科植物肉桂 *Cinnamomum cassia* Presl 的干燥树皮,是一种常用中药,性大热,味甘辛,具补火助阳、散寒止痛、通经通脉、引火归原的功效<sup>[1]</sup>,其主要成分为肉桂醛和肉桂酸。药理研究表明肉桂酸具有抗菌、消炎作用<sup>[2]</sup>;肉桂醛具有镇静、镇痛和解热的作用<sup>[3]</sup>。赤石脂为硅酸盐类矿物多水高岭石族多水高岭石,主含含水硅酸铝 $[Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8 \cdot 4H_2O]$ ,性温、味甘酸涩,具有治疗久泻久痢、崩漏带下的功效<sup>[1]</sup>。

肉桂配伍赤石脂是中药十九畏的内容之一,为配伍禁忌。《本草纲目》言:“桂畏石脂”,《圣济总录》中的“桂附丸”,以及《中国药典》中的“女金丹”等传统名方中二药仍有合用,多数文献把二药合用归为配伍禁忌。近年药理研究,二者配伍后毒性降低<sup>[4]</sup>,为进一步探索二者相畏关系,我们对肉桂配伍赤石脂前后肉桂酸,肉桂醛的含量进行了研究。

### 1 仪器与试药

1100 Series 高效液相色谱仪(配有 DAD、自动进样器)、Chem Station 工作站(Agilent 科技有限公司),CP225D 电子分析天平(德国 Sartorius)。

肉桂酸(供含量测定用,批号 0786-9001,中国药品生物制品检定所),肉桂醛(供含量测定用,批号 710-9206,中国药品生物制品检定所),磷酸、乙腈为色谱纯,水为去离子水;其他试剂均为分析纯。肉桂、赤石脂样品来源于大连开发区保健大药房,经辽宁中医药大学翟延君教授鉴定为正品。

### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 水提液色谱条件:Phenomenex-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),柱温 30 °C,流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 254 nm,流动相乙腈(A)-0.1% 磷酸(B),二元线性梯度洗脱 0 ~ 30 min, 90% B ~ 65% B (10% A ~ 35% A), 30 ~ 50 min, 65% B (35% A), 进样量 20 μL。挥发油色谱条件:Phenomenex-C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),柱温 30 °C,流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 280 nm,

流动相乙腈(A)-0.1% 磷酸(B), 0 ~ 30 min, 65% B (35% A), 进样量 20 μL。

**2.2 系统适应性试验** 按 2.1 项色谱条件,对照品溶液理论塔板数以肉桂酸和肉桂醛计算,均不低于 4 000;肉桂酸和肉桂醛与相邻峰之间的分离度均大于 1.5,对称因子均在 0.95 ~ 1.05。

**2.3 对照品溶液制备** 分别取肉桂酸和肉桂醛对照品适量,精密称定,分别置于 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成肉桂酸和肉桂醛质量浓度分别为 0.035 1, 0.125 39 g·L<sup>-1</sup> 的对照品溶液。

**2.4 供试品溶液的制备** 分别称取肉桂和赤石脂药材,肉桂 10 g,肉桂-赤石脂(1:1)20 g,肉桂-赤石脂(1:3)40 g 3 份样品,分别装于 1 000 mL 圆底烧瓶中,按料液比 1:10 的比例加蒸馏水,挥发油提取器连接圆底烧瓶,自冷凝管上端加水使充满挥发油提取器的刻度部分,将烧瓶置电热套中加热至沸腾,回流 3 h,提取 1 次,停止加热后,放置至冷,过滤,浓缩定容至 100 mL 量瓶中,开启挥发油提取器下端活塞,放出挥发油,加甲醇定容至 250 mL,摇匀,制得水提液供试品溶液和挥发油供试品溶液各 3 份。

**2.5 样品的测定** 取上述供试品溶液,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,水提液和挥发油中分别取 20 μL 注入液相色谱仪测定含量,色谱图见图 1,2,结果见表 1,2。

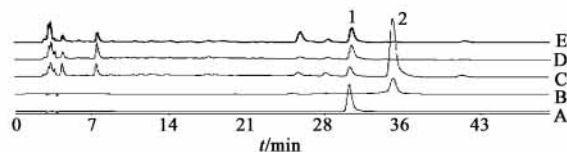


图 1 肉桂-赤石脂水提液 HPLC

A, B. 对照品; C. 肉桂; D. 肉桂赤石脂 1:1;  
E. 肉桂赤石脂 1:3; 1. 肉桂酸; 2. 肉桂醛

### 3 讨论

目前,对十九畏的研究多从临床出发,随着现代

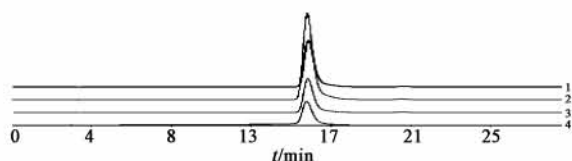


图2 肉桂挥发油 HPLC

1. 肉桂醛;2. 肉桂单煎;3. 肉桂赤石脂  
1:1合煎;4. 肉桂赤石脂 1:3合煎

表1 水提液中肉桂酸和肉桂醛的测定

样品	肉桂酸 /mg·g <sup>-1</sup>	肉桂酸损 失率/%	肉桂醛 /mg·g <sup>-1</sup>	肉桂醛损 失率/%
肉桂(单煎)	0.127	-	3.649	-
肉桂-赤石脂(1:1)	0.088	30.71	0	100
肉桂-赤石脂(1:3)	0.059	53.54	0	100

表2 挥发油中肉桂醛的测定

样品	肉桂醛/mg·g <sup>-1</sup>	肉桂醛损失率/%
肉桂(单煎)	10.95	-
肉桂-赤石脂(1:1)	10.16	7.21
肉桂-赤石脂(1:3)	2.64	75.89

分析仪器的应用,中药十九畏的研究方法更加多样化<sup>[6]</sup>,本文采用高效液相色谱法,对十九畏中肉桂-赤石脂不同比例配伍后水煎液和挥发油中成分的含量变化进行研究。

肉桂中肉桂酸、肉桂醛是有效成分之一,本文从化学成分研究入手,可以从其有效成分含量变化方面揭示肉桂-赤石脂相畏作用物质基础。古代方剂用药多采用水煎液口服,因此作者对二者的配伍研究遵从古人的用药习惯,同时,采用挥发油测定器收

集挥发油。针对肉桂配伍赤石脂水煎液的有效成分变化进行研究,肉桂与赤石脂按 1:1,1:3 配伍煎煮后,水煎液中肉桂酸的含量分别降低了 30.71%,53.54%,肉桂醛的质量分数均降低了 100%;现代研究中,对肉桂挥发油成分的研究较多,笔者对配伍后的收集到的挥发油中肉桂醛含量变化进行研究,研究发现二者按以上比例配伍后挥发油中肉桂醛的质量分数分别降低了 7.21%,75.89%。随着赤石脂配伍比例的增加,肉桂醛的含量下降增加。

曾选用乙腈-0.1%磷酸水溶液,甲醇-0.1%磷酸水溶液,乙腈-水溶液等不同配比的流动相,最后选择乙腈-0.1%磷酸水溶液(35:65)。实验证明,该法分析时间短,色谱峰达到基线分离,加入一定磷酸可改善峰型和分离度,提高了灵敏度。

#### [参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:127,147.
- [2] Chan W S, Wen P C, Chiang H C. Structure-activity relationship of caffeic acid analogues on xanthine oxidase inhibition[J]. Anticancer Res,1995(15):703.
- [3] 肖培根.新编中药志[M].第3卷.北京:化学工业出版社,2002:814.
- [4] 禹志领,张广钦,戴岳,等.肉桂与赤石脂配伍的药理研究[J].中国中药杂志,1997,22(5):309.
- [5] 王绪颖,贾晓斌,陈彦,等. HPLC 法测定痛经宝颗粒中阿魏酸、肉桂酸、肉桂醛、木香内酯和去氢木香内酯[J].中草药,2010,41(10):1643.
- [6] 李树帜,唐自明,肖庆慈.肉桂与赤石脂配伍对主要化学成分的影响[J].云南中医学院学报,1998,21(2):9.

[责任编辑 邹晓翠]