

吴茱萸当归不同比例配伍对阿魏酸含量的影响

管慧, 朱会, 张振秋*

(辽宁中医药大学药学院, 辽宁 沈阳 110032)

[摘要] 目的: 考察吴茱萸当归药对中主要成分随吴茱萸当归配伍变化的溶出规律。方法: 本研究采用高效液相色谱法测定吴茱萸当归药对不同配伍比例对当归中活性成分阿魏酸含量的影响。色谱柱: Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.085%磷酸水溶液(16:84); 检测波长: 316 nm; 柱温: 35℃; 流速: 1.0 mL·min⁻¹。结果: 在所观察的吴茱萸与当归的9个配伍比例中, 随着吴茱萸比例的增加, 阿魏酸溶出率逐渐增高, 以6:4配伍组含量较高, 且其后含量增加趋于平稳, 与《金匱要略》温经汤配伍比例相符合。结论: 以现代研究方法证实吴茱萸当归药对的最佳配伍比例与《金匱要略》温经汤中的两药配伍比例相符合。

[关键词] 吴茱萸; 当归; 药对; 阿魏酸

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)05-0009-02

吴茱萸、当归配伍, 出自《金匱要略》温经汤, 其配伍比例为6:4。本研究采用高效液相色谱法测定了吴茱萸与当归不同配伍比例对当归中的活性成分阿魏酸含量的影响, 探讨其配伍的科学性。

1 仪器和试剂

AR2140型电子分析天平(奥豪斯公司); METTLER AB135-S十万分之一电子天平(瑞士); Agilent 1100高效色谱仪; VWD型紫外检测器; AS3120A超声波清洗器。

[收稿日期] 2008-11-18

[通讯作者] *张振秋, Tel: (0411)87586058; E-mail: zhangzheqiu@sina.com

水为去离子双蒸水, 乙腈(色谱纯), 磷酸(分析纯); 阿魏酸对照品(中国药品生物制品检定所, 批号0773-9607); 吴茱萸、当归药材均购于河北安国。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 以乙腈-0.085%磷酸水溶液(16:84)为流动相; 检测波长为316 nm; 柱温: 35℃; 流速为1.0 mL·min⁻¹。理论塔板数按阿魏酸计算不少于5 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取阿魏酸13.82 mg, 置50 mL棕色量瓶中, 加70%甲醇使溶解, 并定容至刻度, 摇匀; 精密量取3 mL, 置50 mL棕色量瓶中, 加70%甲醇至刻度, 摇匀, 制成每1 mL含阿魏酸

表4 3批样品槲皮素含量测定结果

批号	槲皮素含量 mg/片
20051015	2.05
20051108	2.02
20051206	2.06

4 讨论

4.1 复方银杏叶片 主要由银杏提取物和野葛根提取物等制成的复方中药制剂。本文根据其处方组成及所含化学成分理化性质建立了葛根素和槲皮素的TLC鉴别方法, 经多次试验证明, 斑点分离清晰, 重复性好。可作为复方银杏叶片制剂的有效鉴别方法。

4.2 葛根素和槲皮素 为复方银杏叶片的主要有效成分, 葛根素和槲皮素的含量测定采用HPLC法^[4-5], 专属性强, 因此, 文中建立了HPLC法测定复

方银杏叶片中葛根素和槲皮素含量的方法, 以进一步完善该制剂的质量标准。

[参考文献]

- [1] 潘洪平. 银杏叶制剂药理作用和临床应用研究进展[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(2): 93.
- [2] 潘洪平, 危华玲, 陈英, 等. 复方银杏叶片对大鼠的长期毒性研究[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(7): 1572-1574.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 2005: 附录31-32.
- [4] 危华玲, 杨青, 韦红音. 高效液相色谱法测定山植叶提取物中槲皮素的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2006, 12(8): 10-11.
- [5] 葛尔宁. RP-HPLC法测定葛根汤中葛根素的含量及变化[J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11(4): 12-13.

0.016 584 mg的溶液的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 吴茱萸当归药材(1:9)配伍,以70%乙醇合并提取,滤液浓缩至干膏,取干膏适量(约相当于当归生药0.2 g),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇20 mL,密塞,称定重量,超声处理30 min(频率20 kHz,功率250 W),放冷,再称定重量,用70%甲醇补足减失的重量,摇匀,静置,取上清液,滤过,取续滤液,即得(1:9)供试品溶液。

其他8个比例(2:8,3:7,4:6,5:5,6:4,7:3,8:2,9:1)及当归药材操作同上,制得余下8个配比及当归药材供试品溶液。

2.4 标准曲线考察 精密吸取阿魏酸对照品溶液(0.016 584 mg·mL⁻¹) 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.5 μL注入液相色谱仪中,测定。结果以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,经回归处理,得到回归方程为:Y = 4 638.5X - 4.075 9, r = 0.999 6,进样量在0.016 584 ~ 0.207 3 μg范围内线性关系良好。

2.5 精密密度试验 取阿魏酸对照品溶液(0.016 584 mg·mL⁻¹),进样10 μL,连续进样5次,记录色谱图,计算得峰面积的RSD为1.8%。

2.6 重复性试验 选择吴茱萸当归配伍为1:9的供试品溶液6份,分别进样10 μL,记录峰面积。测得阿魏酸的平均含量为0.510 1 mg·g⁻¹当归药材(或0.768 6 mg·g⁻¹干膏)。计算得其RSD为1.9%。

2.7 稳定性试验 选择吴茱萸当归配伍1:9的供试品溶液1份,于室温(20~25℃)下放置,在不同时间0,1,3,6,12,24 h进样,每次进样10 μL,测定阿魏酸的峰面积,记录色谱图。计算得峰面积的RSD为2.2%。

2.8 加样回收率试验 精密量取吴茱萸当归配伍1:9以70%乙醇提取后浓缩的干膏(含阿魏酸0.768 6 mg·g⁻¹干膏)约0.07 g,精密称定。根据2005年版《中国药典》规定,分别精密加入样品浓度的75%(阿魏酸对照品溶液0.016 584 mg·mL⁻¹ 2.5 mL),100%(阿魏酸对照品溶液0.016 584 mg·mL⁻¹ 3.2 mL),125%(阿魏酸对照品溶液0.016 584 mg·mL⁻¹ 4 mL)3个含量的阿魏酸对照品,每个含量平行做3份,按供试品溶液制备方法制备样品溶液,进样测定,计算各自的回收率和RSD。结果阿魏酸平均回收率为98.9%,RSD为2.0%。说明本法回收率好,方法可行。结果见表1。

表1 加样回收率试验

样品	称样量(g)	样品中含量mg	对照品加入量mg	测得总量mg	回收率%	平均回收率%	RSD%
1	0.071 31	0.054 81	0.041 46	0.096 64	100.9		
2	0.071 22	0.054 74	0.041 46	0.096 02	99.7		
3	0.070 98	0.054 56	0.041 46	0.094 90	97.3		
4	0.069 92	0.053 74	0.053 07	0.105 80	98.1		
5	0.070 02	0.053 82	0.053 07	0.107 21	100.6	98.9	2.0
6	0.069 95	0.053 46	0.053 07	0.107 70	102.2		
7	0.069 59	0.053 49	0.066 34	0.117 64	96.7		
8	0.069 74	0.053 60	0.066 34	0.117 95	97.0		
9	0.069 89	0.053 72	0.066 34	0.118 67	97.9		

2.9 样品的测定 分别精密吸取上述两种对照品溶液与供试品溶液各10 μL。注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,即得各个样品的质量浓度。结果见表2。

表2 吴茱萸当归药材不同配比醇提物对阿魏酸含量的影响

比例(吴:当)	吴茱萸药材(g)	当归药材(g)	出膏量(g)	称样量(膏)(g)	阿魏酸(色谱峰面积)	阿魏酸(mg·g ⁻¹ 当归药材)
1:9	1.004 1	9.009	5.978 8	0.133 7	234.4	0.510 1
2:8	2.000 3	7.999 6	5.718 9	0.141 5	228.8	0.506 7
3:7	2.999	6.999 4	5.390 1	0.153 7	232.4	0.510 6
4:6	3.995 2	5.999 8	5.357 4	0.178 4	237.4	0.520 7
5:5	5.003	5.004 4	5.054 7	0.202 6	246.3	0.538 4
6:4	6.007 9	3.997 8	4.828 8	0.241 8	261.1	0.571 8
7:3	7.005	2.997 7	4.452 2	0.287 2	254.6	0.577 2
8:2	8.004 4	2.002 2	4.111 7	0.410 4	286.3	0.628 1
9:1	9.000 7	1.001 4	3.958 8	0.790 2	265.3	0.581 9
当归(0.200 5 g)					233.2	0.511 2
阿魏酸对照品					756.5	

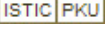
3 讨论

吴茱萸、当归配伍采用高效液相色谱法重点观察了吴茱萸与当归的不同配伍比例对当归活性成分阿魏酸含量的影响。实验结果表明:在所观察的吴茱萸与当归的9个配伍比例中,随着吴茱萸比例的增加,阿魏酸含量逐渐增高,以6:4配伍组含量较高,且其后含量增加趋于平稳。表明吴茱萸与当归配伍有利于当归中阿魏酸的溶出,其机理可能是由于在煎煮过程中吴茱萸的生物碱性成分使得溶液pH值升高,对当归中的阿魏酸有促溶作用。同时,与当归单煎液比较,吴茱萸与当归以6:4配伍组中的阿魏酸的含量明显增高,显示了两药配伍使用的优势与合理性,与《金匱要略》温经汤配伍比例相符合。此外,吴茱萸与当归的不同配伍比例对吴茱萸中活性成分吴茱萸碱和吴茱萸次碱含量的影响,将另文发表。

[参考文献]

- [1] 袁丽霞,王红.HPLC法测定当归苦参丸中阿魏酸的含量[J].中国药事,2008,22(1):61-62.
- [2] 叶资萍,苑洪忠,赵凯.HPLC测定养血当归软胶囊中阿魏酸的含量[J].中国现代中药,2007,9(1):18-20.

吴茱萸当归不同比例配伍对阿魏酸含量的影响

作者: [瞿慧](#), [朱会](#), [张振秋](#)
作者单位: [辽宁中医药大学药学院, 辽宁, 沈阳, 110032](#)
刊名: [中国实验方剂学杂志](#) 
英文刊名: [CHINESE JOURNAL OF EXPERIMENTAL TRADITIONAL MEDICAL FORMULAE](#)
年, 卷(期): 2009, 15(5)
被引用次数: 2次

参考文献(2条)

1. [叶资萍](#); [苑洪忠](#); [赵凯](#) [HPLC测定养血当归软胶囊中阿魏酸的含量](#)[期刊论文]-[中国现代中药](#) 2007(01)
2. [袁丽霞](#); [王红](#) [HPLC法测定当归苦参丸中阿魏酸的含量](#)[期刊论文]-[中国药事](#) 2008(01)

本文读者也读过(10条)

1. [王雁梅](#). [康红钰](#). [刘春杰](#). [邢志霞](#). [史恒军](#). [朱伟](#). [WANG Yan-mei](#). [KANG Hong-yu](#). [LIU Chun-jie](#). [XING Zhi-xia](#). [SHI Heng-jun](#). [ZHU Wei](#) [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](#)[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2010, 16(7)
2. [彭强](#). [赵桦](#). [陈曦](#) [吴茱萸与小花吴茱萸的鉴别比较](#)[期刊论文]-[中药材](#)2007, 30(12)
3. [杨筱丽](#). [李耿](#) [超高效液相色谱法同时测定解郁丸中芍药苷和阿魏酸的含量](#)[期刊论文]-[中国医院药学杂志](#) 2008, 28(11)
4. [张金渝](#). [王元忠](#). [赵振玲](#). [杨美权](#). [杨维泽](#). [张智慧](#). [金航](#) [不同产地云当归中阿魏酸的含量比较](#)[期刊论文]-[安徽农业科学](#)2009, 37(18)
5. [凌宇](#). [张远军](#). [林锦光](#) [当归舒筋膏防治手部屈肌腱断裂术后粘连26例临床观察](#)[期刊论文]-[江苏中医药](#) 2011, 43(4)
6. [陈滢](#). [曹兵](#). [梅欣明](#). [曹坤](#). [余鸿](#). [CHEN Yan](#). [CAO Bing](#). [MEI Xin-ming](#). [CAO Kun](#). [YU Hong](#) [不同宫内缺氧时程对胎鼠神经干细胞增殖的影响及当归保护作用](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2009, 20(7)
7. [李刚](#). [Li Gang](#) [HPLC法测定活血止痛片中阿魏酸的含量](#)[期刊论文]-[中国药师](#)2008, 11(11)
8. [袁丽霞](#). [王红](#). [Yuan Lixia](#). [Wang Hong](#) [HPLC法测定当归苦参丸中阿魏酸的含量](#)[期刊论文]-[中国药事](#)2008, 22(1)
9. [申欣](#). [SHEN Xin](#) [反相高效液相色谱法同时测定活络消痛片中阿魏酸和原儿茶醛的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#) 2008, 6(6)
10. [周琳](#). [ZHOU Lin](#) [高效液相色谱法测定六味补血颗粒中芍药苷和阿魏酸的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#)2009, 7(3)

引证文献(2条)

1. [于丹](#). [张颖](#) [基于现代分析技术的中药药对化学成分研究概况](#)[期刊论文]-[医学信息\(中旬刊\)](#) 2010(8)
2. [段金廛](#). [宿树兰](#). [唐于平](#). [范欣生](#) [中药药对配伍组合的现代认识](#)[期刊论文]-[南京中医药大学学报](#) 2009(5)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgsyfjxzz200905004.aspx