

布渣叶的紫外谱线组法鉴别研究^Δ

黄惠燕^{1*}, 罗文汇^{2#}, 董玉娟³, 汪梦霞³, 许灿新³(1.广东省人民医院/广东省医学科学院药学部, 广州 510080; 2.广东省中医药工程技术研究院, 广州 510095; 3.广州中医药大学, 广州 510405)

中图分类号 R927.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)09-1248-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.09.34

摘要 目的:利用紫外谱线组法对布渣叶进行鉴别。方法:采用紫外谱线组法,分别对水、无水乙醇、三氯甲烷和石油醚4种溶剂提取的不同来源布渣叶药材浸出液,采用紫外光谱法测定峰形、吸收峰的数目和峰位值。结果:不同来源布渣叶的紫外光谱谱线图的峰形、吸收峰数目及峰位值基本相同。结论:该法简便、准确、灵敏,可为布渣叶的鉴别提供参考。

关键词 布渣叶;紫外谱线组法;鉴别

Identification of *Microcos paniculata* by Ultraviolet Absorption Spectra Lines Group

HUANG Hui-yan¹, LUO Wen-hui², DONG Yu-juan³, WANG Meng-xia³, XU Can-xin³ (1.Dept. of Pharmacy, Guangdong People's Hospital/Guangdong Academy of Medical Sciences, Guangzhou 510080, China; 2. Guangdong Engineering Technology Research Institute of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510095, China; 3. Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510405, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To identify *Microcos paniculata* by UV spectral groups method. METHODS: UV spectral groups method was conducted to detect the herbs leachate extracted from water, absolute alcohol, chloroform and petroleum and determine the peak shape, number of absorption peaks and peak value. RESULTS: The peak shape, number of absorption peaks and peak value of UV spectra from different samples were basically the same. CONCLUSIONS: The method is simple, accurate and sensitive. It can provide reference for the identification of *M. paniculata*.

KEYWORDS *Microcos paniculata*; Ultraviolet absorption spectra lines group; Identification

布渣叶为椴树科植物破布叶 *Microcos paniculata* L. 的干燥叶,具有消食化滞、清热利湿之功效,临床上多用于饮食积滞、感冒发热、湿热黄疸等症^[1]。布渣叶主产于我国岭南地区,属于广东道地药材,常用于广东凉茶中。

紫外谱线组(Ultraviolet absorption spectra lines group, UASLG)法又可称为“内像法”,其着眼于中药所含化学成分对光吸收的宏观整体效应,将传统中医药理论的整体观与现代紫外光谱技术相结合,是一种从物质分子水平上控制中药内在质量的方法^[2]。

目前,布渣叶的定性鉴别主要采用薄层色谱法、紫外光谱(UV)法及高效液相色谱(HPLC)指纹图谱等方法^[3-4],未见应用紫外谱线组法对布渣叶药材进行相关研究的报道。本研究采用紫外谱线组法,测试了布渣叶在4种溶剂中的紫外谱线组图谱,根据图谱峰的数目、峰位值及峰形差异对其进行鉴别。

1 材料

1.1 仪器

UV-2550型UV计(日本岛津公司);XS205DU电子分析天平(瑞士Mettler Toledo公司)。

1.2 试剂

无水乙醇、三氯甲烷、石油醚(60~90℃)均购于广州市化

学试剂厂;水为自制蒸馏水。

1.3 药材

本研究所用布渣叶药材均为市售,经广东省中医药工程技术研究院刘法锦研究员鉴定为椴树科植物破布叶 *M. paniculata* L. 的干燥叶,详见表1。

表1 布渣叶药材来源

Tab 1 Source of *M. paniculata* herbals

药材编号	产地	批号	提供商
1	广东	20120913	广州市杏园春药店
2	广东	100107881	广东康美药业股份有限公司
3	广西	110716	广州市中生源中药有限公司
4	广西	20140411	广州市南北行中药饮片有限公司

2 方法

2.1 供试品溶液的制备

称取样品粗粉各1g,分别置于100ml具塞锥形瓶中,分别加入蒸馏水、无水乙醇、三氯甲烷和石油醚(60~90℃)各20ml,室温浸泡2h,振摇,滤过,即得。将样品溶液置于UV计中检测,当吸收度值上限超过5.0时,需稀释后重新检测。

2.2 仪器条件与检测方法

波长扫描范围:200~800nm;狭缝宽度:1nm;扫描间隔:1nm;扫描速度:中速。利用切线法测算出谱图上每条谱线上的所有最大吸收峰位值,作为该药材紫外光谱谱线组的光谱特征数据。每份样品平行取样2次进行测定。

3 结果与讨论

Δ 基金项目:广东省建设中医药强省课题(No.20132080)

* 主管药师。研究方向:药物质量分析。电话:020-81884713-80560

通信作者:副主任中药师,硕士。研究方向:中药质量评价。电话:020-83482098。E-mail:acid123@126.com

3.1 不同稀释度对样品溶液紫外吸收光谱的影响

当样品的质量浓度为0.05 g/ml时,因质量浓度较大、吸收度过高而超出上限得不到完整的图谱,故取“2.1”项下的供试品溶液进行稀释。

以相应溶剂为空白对照,扫描并绘出供试品溶液的紫外吸收光谱,详见图1。随着质量浓度的稀释,以无水乙醇为溶剂的供试品溶液图谱短波端的第1个峰的峰位值逐渐变小,其余峰的峰位值不变;其余3种溶剂的供试品溶液峰位值基本不变,比较稳定。不同稀释度对4种供试品溶液吸收峰的影响见表2。根据吸收度值大小,确定各供试品溶液的适宜的质量浓度进行检测,详见表3。

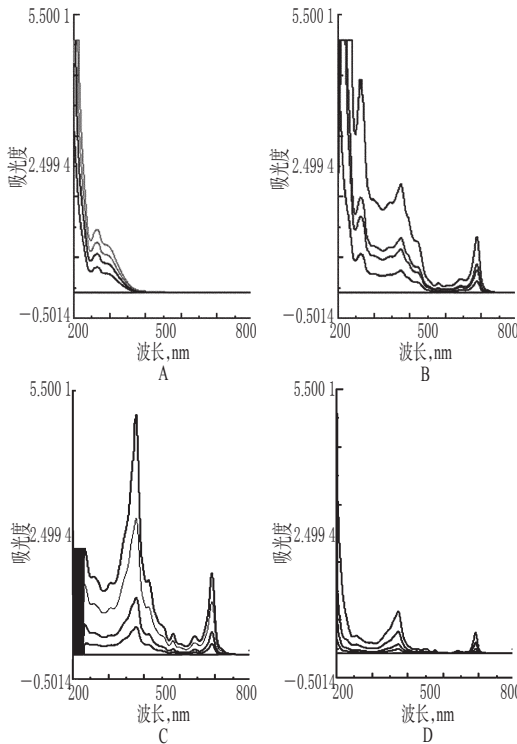


图1 不同质量浓度的供试品溶液的紫外光谱线组图谱
A.水;B.无水乙醇;C.三氯甲烷;D.石油醚

Fig 1 UV spectrum groups' spectrum of test solutions with different quality concentration

A. water; B. absolute alcohol; C. chloroform; D. petroleum

3.2 不同浸泡时间对供试品溶液紫外吸收光谱的影响

浸泡时间会影响浸出物的质量浓度。经检测,4种溶剂浸泡1~6 h对吸收峰位值无明显影响,但对吸收度有一定影响。考虑到UV计的最佳测定吸收度为0.2~0.8,故本研究选择浸泡时间为2 h。

3.3 不同批次样品的紫外吸收光谱

不同批次样品紫外吸收光谱图比较结果显示,其吸收峰数目和最大吸收峰峰位值均具有良好的重现性,表明紫外谱线组法可用于布渣叶的鉴别,详见图2。

4 结论

紫外谱线组法是在单一紫外谱线法鉴别中药的基础上,着眼于中药内所含化学成分的总体宏观效应,遵照“物质相似相溶于相似”及混合物各组分的紫外吸收光谱具有叠加性的原理,改单一溶剂为多种溶剂,改单一紫外谱线为多条紫外谱线组,以其总的吸收峰数及峰位置对中药进行鉴别^[15]。

表2 不同稀释度对4种供试品溶液吸收峰的影响

Tab 2 Effect of different dilutions on 4 kinds of test solutions' absorption

溶剂	稀释倍数	供试品质量浓度,mg/ml	波长,nm
水	20	2.5	277
	25	2.0	278
	33.3	1.5	277
	50	1.0	276
无水乙醇	10	5.0	665,611,536,411,375,276
	20	2.5	665,612,536,411,374,275
	25	2.0	665,611,535,411,374,273
	50	1.0	664,611,536,411,273
三氯甲烷	6.7	7.5	668,610,538,454,412,327,272
	10	5.0	668,611,538,454,413,328,272
	25	2.0	669,610,538,455,414,328,272
	50	1.0	668,609,538,454,414,331,271
石油醚	5	10.0	669,610,561,533,504,470,409,269
	10	5.0	669,609,562,533,503,470,409,268
	25	2.0	669,610,562,532,504,409,268
	50	1.0	669,533,504,409,268

表3 各供试品溶液的适宜检测浓度

Tab 3 Suitable detectable concentration of test solutions

溶剂	吸收度上限	供试品溶液的质量浓度,g/ml	稀释倍数	适宜质量浓度,mg/ml
水	5	0.05	25	2.0
无水乙醇	5	0.05	25	2.0
三氯甲烷	5	0.05	25	2.0
石油醚	5	0.05	5	10.0

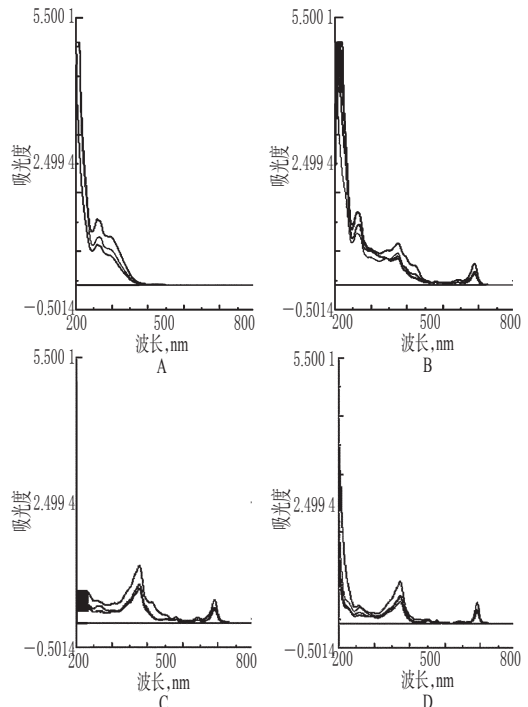


图2 不同批号布渣叶4种溶剂浸泡液的紫外光谱谱线组图谱
A.水;B.无水乙醇;C.三氯甲烷;D.石油醚

Fig 2 UV spectrum groups' spectrum of *M. paniculata* solutions with different batches soaked by 4 kinds of solvent

A. water; B. absolute alcohol; C. chloroform; D. petroleum

本研究进行了布渣叶的紫外谱线组法鉴别研究,结果显

HPLC法同时测定经痛舒颗粒中3种单酯型生物碱的含量

王超群^{1*}, 翟宏焱², 朱玉¹, 王晓华^{1#} (1.安徽省医学科学研究院, 合肥 230061; 2.安徽省食品药品检验院, 合肥 230051)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)09-1250-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.09.35

摘要 目的:建立同时测定经痛舒颗粒中苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Shimadzu C₁₈,流动相为乙腈-四氢呋喃(25:15, V/V)-0.1 mol/L 醋酸铵溶液(梯度洗脱),流速为1.0 ml/min,检测波长为235 nm,柱温为35 ℃。结果:苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱的进样量分别在0.371 4~2.228 4、0.041 8~0.251 0、0.074 2~0.445 3 μg范围内与峰面积呈良好的线性关系(*r*分别为0.999 9、0.999 6、0.999 8);精密性、重复性、稳定性试验的RSD均<2%;平均加样回收率分别为97.8%、98.2%、98.0%,RSD分别为2.1%、1.7%、2.2%(*n*=6)。结论:该方法操作简便,结果准确可靠,可作为经痛舒颗粒中苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱的含量测定方法。

关键词 经痛舒颗粒;单酯型生物碱;高效液相色谱法;苯甲酰新乌头原碱;苯甲酰乌头原碱;苯甲酰次乌头原碱

Content Determination of 3 Kinds of Monoester Aconitum Alkaloids in Jingtongshu Granules by HPLC

WANG Chao-qun¹, ZHAI Hong-yan², ZHU Yu¹, WANG Xiao-hua¹ (1.Anhui Provincial Academy of Medical Sciences, Hefei 230061, China; 2.Anhui Institute for Food and Drug Control, Hefei 230051, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the content determination of benzoylmesaconine, benzoylaconitine and benzoylhypaconitine in Jingtongshu granules. METHODS: HPLC method was adopted. The Shimadzu C₁₈ column was used with the mobile phase of acetonitrile-tetrahydrofuran (25:15, V/V)-0.1 mol/L ammonium acetate solution (gradient elution) at the flow rate of 1.0 ml/min; the detection wavelength was 235 nm with column temperature at 35 ℃. RESULTS: There was a good linear relationship between the volume of benzoylmesaconine and peak area in the range of 0.371 4-2.228 4 μg(*r*=0.999 9), benzoylaconitine in the range of 0.041 8-0.251 0 μg(*r*=0.999 6) and benzoylhypaconitine in the range of 0.074 2-0.445 3 μg(*r*=0.999 8). RSDs of precision, repeatability, stability tests was all less than 2%, and the average recovery was 97.8% (RSD=2.1%), 98.2% (RSD=1.7%) and 98.0% (RSD=2.2%) (*n*=6), respectively. CONCLUSIONS: The method is accurate, rapid and can be used for the content determination of benzoylmesaconine, benzoylaconitine and benzoylhypaconitine in Jingtongshu granules.

KEYWORDS Jingtongshu granules; Monoester aconitum alkaloids; HPLC; Benzoylmesaconine; Benzoylaconitine; Benzoylhypaconitine

经痛舒颗粒是根据名老中医经验方研制的中药复方新制剂,主治寒凝滞所致的经前或经行小腹冷痛等。经痛舒颗粒由附子(制)、当归等11味药组成。其中,附子是方中君药,其味甘,性微辛,大热,有毒,归心、肾、脾经,具有回阳救逆、补火助阳、散寒止痛之功效^[1]。经痛舒颗粒中使用的附子为其炮制品,通过炮制可使有毒成分乌头碱类双酯型生物碱(即新乌头碱、乌头碱、次乌头碱)转化为毒性相对较低的单酯型生

物碱(即苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱)^[2]。为控制经痛舒颗粒的产品质量,本研究建立了高效液相色谱(HPLC)法同时测定经痛舒颗粒中苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱含量的方法。

1 材料

1.1 仪器

LC-20AD型HPLC仪,配有SPD-M20A检测器、LC

示,布渣叶的4种溶剂浸泡液的紫外光谱谱线均有明显的特征;且不同来源的布渣叶各溶剂浸泡液的紫外吸收谱图中峰形、吸收峰数目及峰值基本相同。

综上所述,该法简便、可靠,可用于布渣叶药材的鉴别和可为其质量控制提供参考,并在一定程度上丰富了中药布渣叶的鉴别方法。

参考文献

* 助理研究员。研究方向:中药质量分析方法。电话:0551-62828461。E-mail:50780339@qq.com

通信作者:研究员,硕士生导师。研究方向:天然药物及分析方法。电话:0551-62823664。E-mail:1210wxh@sina.com

[1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:88-89.
[2] 袁久荣.中药鉴别紫外谱线组法及应用[M].北京:人民卫生出版社,1999:80.
[3] 曾聪彦,林铿.布渣叶的薄层色谱鉴别研究[J].中国民族民间医药,2009,18(22):14.
[4] 孙冬梅,谭志灿,毕晓黎,等.布渣叶的薄层色谱鉴别及红外光谱分析[J].中国药业,2012,21(12):15.
[5] 李智勇.太白洋参的紫外谱线组法鉴别研究[J].时珍国医国药,2008,19(6):1311.

(收稿日期:2014-11-04 修回日期:2015-01-04)

(编辑:孙冰)