

传统蒙药苏木六味汤散的质量标准

王美丽 戴丽丽 春玲 田香 白玉霞

(内蒙古民族大学蒙医药学院, 通辽, 028300)

摘要 目的:建立蒙药苏木六味汤散的质量标准。方法:采用薄层色谱(TLC)定性鉴别制剂中苏木、木香、槟榔、高良姜等;以高效液相色谱法(HPLC)测定苏木中巴西苏木素和原苏木素B的含量;色谱柱Topsil-C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm),流动相为乙腈-水(11:89),检测波长为285 nm,流速1 mL/min,柱温30 ℃,进样量为10 μL。结果:苏木、木香、槟榔、高良姜TLC图斑点清晰、专属性强;巴西苏木素与原苏木素B的进样量分别在112.875~564.375 ng、71.975~359.875 ng范围内与各自峰面积呈良好的线性关系(r 分别为0.9997和0.9999)。精密度、稳定性、重复性实验RSD%均小2.0%,加样回收率分别为99.24%、98.06%,RSD分别为0.12%、0.93%。结论:所建立的定性鉴别方法专属性强、重复性好、定量方法简便、准确、可靠,可用于传统蒙药苏木六味汤散的质量控制。

关键词 蒙药苏木六味汤散;薄层色谱法;高效液相色谱法;巴西苏木素;原苏木素B

Study on Quality Standard for Traditional Mongolian Medicine Sumu Liuwei Tangsan

Wang Meili, Dai Lili, Chun Ling, Tian Xiang, Bai Yuxia

(College of Mongolian Medicine and Pharmacy, Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028300, China)

Abstract Objective: To establish the quality standard of traditional Mongolian Sumu Liuwei Tangsan. **Methods:** Lignum Sappan, Radix Aucklandiae, Semen Arecae and Rhizoma Alpiniae Officinarum were identified by TLC qualitatively. The content of brazilin and protosappanin B in Lignum Sappan was determined by HPLC. The separation was performed on Topsil C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm) with mobile phase consisted of acetonitrile-water (11:89) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 285 nm. The column temperature was 30 ℃. The sample size was 10 μL. **Results:** The TLC spots of Lignum Sappan, Radix Aucklandiae, Semen Arecae and Rhizoma Alpiniae Officinarum were clear and specific. The linear range was 112.875-564.375 ng for brazilin ($r=0.9997$) and 71.975-359.875 ng for protosappanin B ($r=0.9999$) respectively. The RSDs of precision, stability and repeatability tests were no more than 2%. The average recoveries were respectively 99.24% ($RSD=0.12\%$, $n=6$) and 98.06% ($RSD=0.93\%$, $n=6$). **Conclusion:** The qualitative identification is specific and reproducible, and quantitative method is simple, accurate and reliable, which can be used for the quality control of traditional medicine Sumu Liuwei Tangsan.

Key Words Mongolian medicine Sumu Liuwei Tangsan; TLC; HPLC; Brazilin; Protosappanin B

中图分类号:R282.5 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2018.02.056

蒙药苏木六味汤由苏木(*Caesalpinia sappan* L)、槟榔(*Areca catechu* L)、高良姜(*Alpinia officinarum* Hance)、草果(*Amomum tsao-Ko* Grevost et Lemaire)、木香(*Aucklandia Lappa Decne*)、白豆蔻(*Amomum Kravanh Pirre ex Gagnep*)组成,收载于《内蒙古蒙成药标准》^[1]和《中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册》^[2](1998年版)中。具有祛“巴达干·赫依”,行血化瘀功能,临床主要用于肾寒、腰腿疼痛、妇女痛经、血瘀闭经等症,是蒙医临床常用药之一。虽然已收载于《中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册》(1998年版)中,但原标准中仅有处方、制

法、性状、检查(散剂项下)和功能主治、用法用量等项目;没有鉴别项和含量测定内容,无法对该制剂进行质量控制。为了能够有效地控制该药的质量,保证临床疗效,有必要对其进行系统的质量标准研究,提升其原有的标准。

1 仪器与试药

1.1 仪器 LC—20ATvp型HPLC仪,含SPD-M20Avp型检测器、SHIMADZU-VP色谱工作站(日本岛津公司);AUW220型电子天平(日本岛津公司);KQ-600DB型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);AUY120型电子天平(广州市新英电器

基金项目:内蒙古蒙医药工程技术研究院科学技术研究项目(GCY201508012)

作者简介:王美丽(1992.03—),女,硕士,助教,教师,研究方向:蒙药及复方制剂质量标准,E-mail:1551377441@qq.com.

通信作者:白玉霞(1962.07—),女,博士,教授,硕士研究生导师,研究方向:蒙药材及蒙药制剂质量标准,Tel: (0475) 8314242, E-mail: byx6088@163.com

有限公司);HH-S26S 数显恒温水浴锅(上海跃进医疗器械厂)。WS701 型红外线快速干燥器(上海锦州屏仪器仪表有限公司通州分公司);DHG9070 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精密宏实验设备有限公司);ZF-I 型三用紫外分析仪(上海顾村电光仪器厂);紫外分析仪 JY02S 型(北京君意东方电泳设备有限公司)。

1.2 试剂 巴西苏木素对照品(中国食品药品检定所,供含量测定用,纯度 > 99%,批号:111881-201302);原苏木素 B 对照品(中国食品药品检定所,供含量测定用,纯度 > 99%,批号:111882-201302);水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

1.3 分析样品 苏木六味汤散是内蒙古民族大学附属医院(批号:20150504、20140417;规格:15 g)、内蒙古国际蒙医医院(批号:20141115;规格:3 g)、通辽市蒙医研究所(批号:20140952;规格:15 g)、包头市蒙医中医医院(批号:412183;规格:21 g)等医院的制剂。

2 方法与结果

2.1 苏木的 TLC 鉴别^[13] 取样品 1 g,加甲醇 10 mL,超声处理 30 min,滤过,取滤液作为供试品溶液。另取苏木对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。再取巴西苏木素和原苏木素 B 对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液。照 TLC 试验,取以上溶液各 2 μ L,各自点在相同硅胶 GF₂₅₄ 板上,以三氯甲烷-丙酮-甲酸 = 8:4:1 为展开剂,展开,晾干,即刻置于干燥器内 12 h 后置紫外灯(254 nm)下检视。样品的色谱图中,在与对照品和对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图 1。

2.2 高良姜的 TLC 鉴别^[13] 取样品 1 g,加甲醇 20 mL,超声处理 20 min,过滤,取续滤液作为样品溶液^[13]。另取高良姜对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。再取高良姜素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液。照 TLC 实验,吸取上述溶液各 2 μ L,各自点在相同硅胶薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-甲醇-冰乙酸 10:1:1:0.5 上层为展开剂,并展开 2 次,再晾干,喷 10% CH₃CH₂OH · H₂SO₄ 溶液显色。样品色谱图中,与对照品和对照药材相应的位置上,显出颜色相同的斑点。见图 2。

2.3 木香的 TLC 鉴别 取样品 1.5 g,加 CH₃OH 15 mL,超声 30 min,过滤,滤液蒸干,残渣加甲醇 2 mL 使溶解,即得滤液作为样品溶液。再取去氢木香内酯、木香烃内酯对照品,加甲醇制成 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶^[13]。吸取上述溶液各 5 μ L,各

自点在相同硅胶 G 板上,以 15:5:1 比例的环己烷-甲酸乙酯-甲酸作为展开剂,预饱和 25 min,展开,当展距约 15 cm 时取出,晾干。分别喷以 5% 的香草醛硫酸溶液,于 105 $^{\circ}$ C 加热至 2 ~ 3 min 斑点清楚,在日光下检视。样品色谱中,在与对照药材和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,结果见图 3。

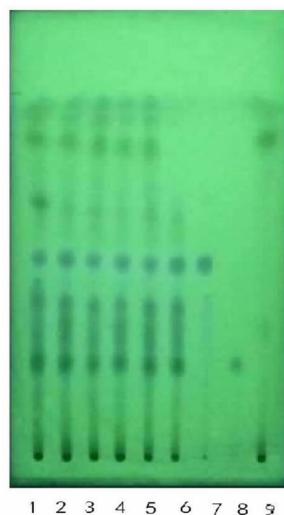


图 1 苏木薄层色谱鉴别

注:1~5 供试品;6 苏木对照药材;7 巴西苏木素对照品;8 原苏木素 B 对照品;9 阴性对照



图 2 高良姜薄层色谱鉴别

注:1~5 供试品;6 高良姜对照药材;7 高良姜对照品;8 阴性对照

2.4 槟榔的 TLC 鉴别 取样品 2 g,加浓氨试液适量润湿,加三氯甲烷 80 mL,回流提取 30 min,过滤,滤液挥干,残渣加甲醇 0.5 mL,使溶解,作为供试品溶液^[13]。另取槟榔对照药材 2 g,同法制成对照药材溶液。吸取上述溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,置氨蒸气预报和的展开缸内,以环己烷-乙酸乙酯-浓氨试液 8:7:0.2 为展开剂,展开,取出晾干,分别置于碘缸中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材和对照品色谱相应的位置

上,显相同颜色的斑点。见图4。

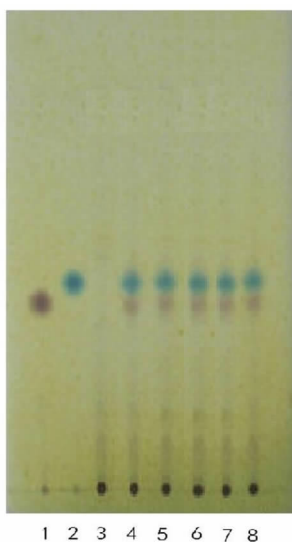


图3 木香薄层色谱鉴别

注:1 木香烃内酯;2 去氢木香内酯;3 阴性对照;4-8 供试品



图4 棕榈薄层色谱鉴别

注:1~5 供试品;6 阴性对照;7 棕榈对照药材

2.5 苏木中巴西苏木素和原苏木素B含量的测定

2.5.1 色谱条件 色谱柱:Topsil- C_{18} (4.6 mm × 250 mm, 5 μ m);流动相:乙腈-水(11:89);流速:1.0 mL/min;检测波长:285 nm;柱温:30 $^{\circ}$ C;进样量为10 μ L。

2.5.2 溶液的配制 1)对照品溶液的制备:分别精密称取巴西苏木素与原苏木素B对照品3.01 mg和3.03 mg,置10 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成0.301 mg/mL巴西苏木素和0.303 mg/mL原苏木素B的对照品溶液。2)混合对照品溶液的制备:取上述巴西苏木素对照品溶液(0.301 mg/mL)和原苏木素B对照品溶液(0.303 mg/mL)

再分别精密吸取1.5 mL和0.95 mL至10 mL棕色容量瓶中,加甲醇至刻度。制成每1 mL分别含巴西苏木素45.15 μ g和原苏木素B 28.79 μ g的混合对照品溶液。3)供试品溶液的制备:取苏木六味汤散约1.5 g,精密称定,置圆底烧瓶中,精密加入80%的甲醇50 mL,称定重量加热回流20 min,放冷,再称定重量,用80%甲醇补足减失的重量,摇匀,静置,取上清液,经0.45 μ m微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.5.3 系统适用性试验 精密吸取混合对照品溶液、供试品溶液各10 μ L,按色谱条件进样测定,记录色谱。见图5、6。由图可知,供试品溶液与混合对照品溶液均在相同保留时间处出现巴西苏木素和原苏木素B的吸收峰,且与其他组分峰达到基线分离,分离度均大于1.5。理论板数按原苏木素B峰计算应不低于3 000。

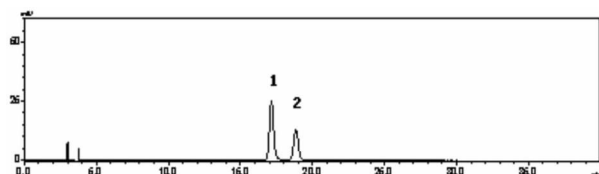


图5 混合对照品高效液相色谱图

注:1-巴西苏木素;2-原苏木素B

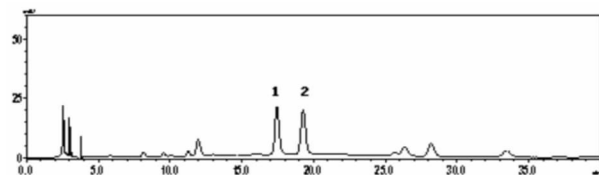


图6 苏木六味汤散高效液相色谱图

注:1-巴西苏木素;2-原苏木素B

2.6 线性关系考察 精密吸取上述混合对照品溶液(1 mL分别含巴西苏木素的浓度为52.8 μ g、原苏木素B 74.2 μ g)2.5,5.0,7.5,10.0,12.5 μ L注入高效液相色谱仪进行测定。按上述色谱条件测定其峰面积,以进样量(xng)横坐标,峰面积(y)为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程分别为: $Y_{\text{巴西苏木素}} = 2\,000\,000X - 8\,636.2$ ($r = 0.999\,7$), $Y_{\text{原苏木素B}} = 1\,000\,000X - 2\,742.5$ ($r = 0.999\,9$)。

结果是巴西苏木素和原苏木素B的进样量分别在112.875 ~ 564.375 ng、71.975 ~ 359.875 ng范围内与各自峰面积呈良好的线性关系。见图7,图8。

2.7 精密度试验 称取苏木六味汤散(批号:412183、包头市蒙医中医医院提供)约1.5 g,精密称定,按供试品制备方法制备待测溶液,再按“2.5.1”项下色谱条件连续进样5次,记录峰面积。

结果是巴西苏木素和原苏木素 B 的峰面积的 *RSD* 分别为 0.49%、0.49%，表明仪器精密度良好。见表 1。

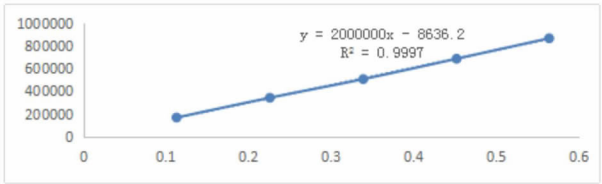


图 7 巴西苏木素对照品的线性关系

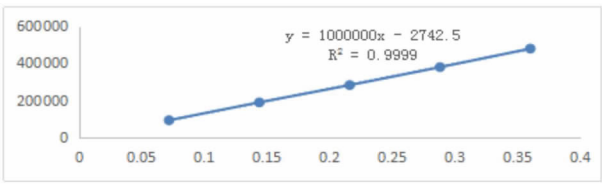


图 8 原苏木素 B 对照品的线性关系

表 1 巴西苏木素和原苏木素 B 精密度试验结果

样品量 (g)	<i>n</i>	巴西苏木素 (A)	平均值 (A)	<i>RSD</i> (%)	原苏木素 B (A)	平均值 (A)	<i>RSD</i> (%)
1.501 6	1	387 415			411 694		
	2	389 701			417 884		
	3	385 642	387086	0.49	415 644	414 679	0.49
	4	384 225			413 846		
	5	387 950			414 313		
	6	387 582			414 691		

2.8 稳定性试验 取苏木六味汤散（批号：20140417，内蒙古民族大学附属医院提供）约 1.5 g，精密称定，按供试品制备方法制备待测溶液，分别于室温下放置 2,4,6,8,10,12 h，按“2.5.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积。

结果是巴西苏木素和原苏木素 B 的峰面积的 *RSD* 分别为 1.24%、0.59%。表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。见表 2。

表 2 巴西苏木素和原苏木素 B 稳定性试验结果 (*n* = 6)

样品量 (g)	<i>h</i>	巴西苏木素 (A)	平均值 (A)	<i>RSD</i> (%)	原苏木素 B (A)	平均值 (A)	<i>RSD</i> (%)
1.500 9 g	0	621 609			405 565		
	2	617 549			408 096		
	4	618 577	614 426	1.24	411 436	409 373	0.59
	6	619 293			412 248		
	8	603 977			409 066		
	10	605 552			409 826		

2.9 重复性试验 称取苏木六味汤散（批号：412183，包头市蒙医中医医院提供）约 1.5 g，共 6 份，分别制备供试品溶液，再按“2.5.1”项下色谱条件进样测定，平行测定 6 次，记录峰面积，计算样品含量。

结果是巴西苏木素和原苏木素 B 峰面积的 *RSD*

分别为 1.97%、1.12% (*n* = 6)，表明该方法重复性良好。见表 3。

表 3 巴西苏木素和原苏木素 B 重复性试验结果

<i>N</i>	样品量 (g)	巴西苏木素			原苏木素 B		
		<i>A</i> (<i>n</i> = 3)	mg/g	<i>RSD</i> (%)	<i>A</i> (<i>n</i> = 3)	mg/g	<i>RSD</i> (%)
1	1.501 4	412 734	2.014 9	1.97	438 517	4.408 5	1.12
2	1.501 0	413 517	2.109 4		432 529	4.349 8	
3	1.500 4	412 938	2.107 3		431 405	4.340 3	
4	1.500 6	398 067	2.032 7		427 240	4.298 1	
5	1.500 7	397 966	2.032 7		427 558	4.301 0	
6	1.502 5	403 622	2.057 9		424 773	4.273 2	

2.10 加样回收率试验 分别取已知含量的苏木六味汤散 0.75 g，共 6 份，精密称定。精密吸取每份适量加巴西苏木素和原苏木素 B 的对照品，制备供试品溶液。再按“2.5.1”项下色谱条件进样测定，记录峰面积，并计算加样回收率。

结果是西苏木素和原苏木素 B 的平均回收率和 *RSD* 分别为 99.24%、0.12% 和 98.06%、0.93%。见表 4。

表 4 巴西苏木素和原苏木素 B 加样回收率

试验结果 (*n* = 6)

成分	样品量 (g)	样品中含 (mg)	加入量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	<i>RSD</i> (%)
巴西苏木素	0.750 3	1.001 8	1.110 1	2.101 2	99.04	99.24	0.12
	0.750 6	1.002 4	1.110 3	2.104 3	99.24		
	0.750 9	1.002 9	1.110 1	2.104 6	99.24		
	0.750 1	1.001 2	1.110 4	2.104 1	99.32		
	0.750 4	1.003 2	1.110 6	2.104 4	99.15		
	0.750 2	1.001 4	1.110 8	2.105 1	99.36		
原苏木素 B	0.750 4	2.134 4	2.137 7	4.211 2	97.15	98.06	0.93
	0.750 6	2.123 5	2.130 1	4.216 5	98.26		
	0.750 8	2.100 7	2.127 8	4.216 9	99.45		
	0.750 1	2.125 1	2.140 1	4.201 8	97.04		
	0.750 2	2.109 8	2.120 4	4.200 3	98.59		
	0.750 1	2.122 4	2.123 9	4.201 8	97.90		

2.10 样品测定 取六批苏木六味汤散约 1.5 g，精密称定，每批制备 3 份，再按“2.5.1”项下色谱条件进样 10 μL，每份测定 3 次，并计算样品的含量。

结果是民大附院（20140417）、民大附院（20150504）、国际蒙医医院、包头中蒙医医院通辽蒙研所的巴西苏木素和原苏木素 B 平均含量和 *RSD* 见表 5。

3 讨论

蒙药苏木六味汤由苏木(*Caesalpinia sappan* L)、槟榔(*Areca catechu* L)、高良姜(*Alpinia officinarum* Hance)、草果(*Amomum tsao-Ko* Grevost et Lemaire)、木香(*Aucklandia Lappa* Decne)、白豆蔻(*Amomum Kravanh* Pirreex Gagnep)组成，收载于《内蒙古蒙成

表 5 不同批号巴西苏木素和原苏木素 B 样品测定结果 (n = 3)

批号	取样量(g)	巴西苏木素				原苏木素 B			
		峰面积(A)	含量 mg/g	平均含量 mg/g	RSD(%)	峰面积(A)	含量 mg/g	平均含量 mg/g	RSD(%)
民大附院(20140417)	1.500 2	731 380	3.699 6	3.756 9	1.36	444 699	4.471 1	4.386 6	1.75
	1.501 5	746 727	3.77 3			430 076	4.321 2		
	1.501 5	751 720	3.79 8			434 450	4.367 6		
民大附院(20150504)	1.511 4	544 684	2.745 7	2.800 4	1.91	410 647	4.102 7	4.184 1	1.9
	1.501 2	552 394	2.802 9			416 378	4.187 8		
	1.501 3	562 352	2.852 5			423 799	4.261 7		
国际蒙医医院	1.500 8	513 451	2.609	2.600 3	1.25	388 850	3.913 8	3.934 2	0.51
	1.500 9	517 185	2.627 5			393 386	3.953 8		
	1.500 8	504 536	2.564 5			390 965	3.935		
包头中蒙医医院	1.500 6	398 067	2.032 7	2.040 4	0.74	427 240	4.298 1	4.289 1	0.43
	1.500 7	397 699	2.030 7			427 578	4.301 2		
	1.502 5	403 612	2.057 8			424 773	4.268		
通辽蒙研所	1.501 1	248 714	1.285 8	1.265 2	1.52	301 924	3.044 4	3.078 6	1.31
	1.500 6	243 966	1.262 1			309 676	3.122 9		
	1.501 3	241 009	1.247 7			304 376	3.068 5		

药标准》^[1]和《中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册》^[2](1998 年版)中。具有祛“巴达干·赫依”,行血化瘀功能,临床主要用于肾寒,腰腿疼痛,妇女痛经,血瘀闭经等症,是蒙医临床常用药之一。虽然已刊载于《中华人民共和国卫生部药品标准·蒙药分册》(1998 年版)中,但原标准中仅有处方、制法、性状、检查(散剂项下)和功能主治、用法用量等项;没有鉴别项和含量测定项内容,无法对该制剂进行质量控制。为了能够有效地控制该药的质量,保证临床疗效,有必要对其进行系统的质量标准研究,提升其原有的标准。李争春等^[3]研究苏木中,初步确定了 16 种化合物,其中的主要成分有槲皮素、巴西苏木素、异甘草素、原苏木素 B、brazil A、3'-去氧苏木醇、4-O-hydroxybrazilin、苏木查耳酮、(αS) - α, 2', 4, 4'-tetrahydroxy dihydro-chalcone 等,其中巴西苏木素是苏木水提物的主要化学成分。苏木主要成分为酚类化合物。分别为苏木酮 A、3-去氧苏木酮 B、苏木查尔酮、3-去氧苏木查尔酮、原苏木素 B、(-) - 丁香树脂酚和表苏木醇等成分。近年研究表明苏木除传统功效外,还有新的药理活性,如抗肿瘤、抗氧化作用等^[4]。巴西苏木红素又名苏木红素 (brazilein),是我国常用中药材苏木(又名苏方木,苏枋,赤木,红柴,戈梅芳)中主要活性成分巴西苏木素的氧化产物^[5]。目前酚类物质是苏木中公认的活性成分,主要包括高异黄酮、苏木素、原苏木素、

苏木查耳酮及苯丙素类,且发现苏木种子中含有大量的卡山烷型二萜^[6]。苏木的化学成分主要包括高异黄酮、查尔酮和苯并环氧庚烷等。在后续的实验中,又分离得到 10 个化合物,分别鉴定(-) - 5-O-methylatifolin (1)、(-) - dalbergiphenol (2)、(-) - latifolin (3)、3,5-二甲氧基-4-羟基肉桂醛(4)、6,4'-二羟基-7-甲氧基-黄烷酮(5)、(+) - 南烛木树脂酚(6)、3,7-二羟基色原酮(7)、3'-O-甲氧基巴西苏木素(8)、3'-O-甲基苏木醇(9)以及 3'-O-去氧苏木醇(10)。这 10 个化合物按其结构类型可分为新黄酮类(1~3),肉桂醛类(4),黄酮类(5),木脂素类(6),色原酮类(7)和高异黄酮类(8~10),其中化合物 1~5 系首次从该属植物中分离得到^[7]。苏复宁洗液(冻干)是以我国传统中药苏木经提取制备成的一种用于预防膀胱癌术后复发的中药制剂,为桔红色无定形粉末或疏松固体状物,该制剂对膀胱肿瘤细胞有显著的杀伤作用,具有抗癌活性高、毒性小、安全有效等诸多优点^[8]。苏木提取物作用后,肝癌细胞内 PCNA 平均表达与其对照组比较明显减小,实验结果表明苏木提取物对肿瘤细胞的增殖有良好的抑制作用^[9]。苏木粗提物对多种肿瘤细胞均能产生显著的抑制作用,能通过诱导人卵巢癌细胞 Skov3 产生凋亡^[10]。木香为菊科植物木香 (Auxlandia lappa Dencne.) 的干燥根。木香中主要代表性成分为木香烃内酯和去氢木香内酯,该类成

分具有松弛平滑肌作用。木香炔内酯还具有抑制溃疡作用^[11]。去氢木香内酯是菊科植物木香干燥根的活性成分。其具有很好的抗癌、抗菌、抑制胃溃疡、增加胃肠蠕动等作用。目前,木香炔内酯(CT)主要通过影响肿瘤细胞的细胞周期、诱导细胞凋亡、抑制肿瘤血管生成、抑制端粒酶活性而抗肿瘤,是否存在其他方面的机制还有待研究。同时,有关 CT 对正常细胞毒性实验研究较少,仅少量文献表明其细胞毒性较低,如果 CT 的毒理活性低,将可能具有比其他抗肿瘤药物更大的临床应用价值^[12]。槟榔为棕榈科植物槟榔(*Areca catechu* L.) 的干燥成熟种子^[13]。棋榔辛、苦、温,归胃、大肠经,具有杀虫、消积、行水、降气、截疟的功效,主要用于绦虫病、蛔虫病、姜片虫病、虫积腹痛、积滞泻、里急后重、水肿脚气、疟疾。历代本草记载,在使用本药时,有生、熟之分,“急治生用,经火则无力”。现代药理研究表明,槟榔具有驱虫杀虫、促胃肠运动、抗菌、抗抑郁、抗氧化等作用,槟榔生用主要用于杀虫;炒制后主要用于消积导滞^[14]。槟榔种子含总生物碱 0.3%~0.6%,主要为槟榔碱,并含有少量槟榔次碱、去甲基槟榔碱、去甲基槟榔次碱、异去甲基槟榔次碱、槟榔副碱及高槟榔碱等,均与鞣酸结合存在。还含有鞣质、脂肪、甘露醇、半乳糖、蔗糖、 α -儿茶精、表儿茶精、无色花青素、槟榔红色素、皂苷及多种原矢车菊素的二聚体、三聚体、四聚体等。所含脂肪酸的组成为:月桂酸 19.5%、肉豆蔻酸 46.2%、棕榈酸 12.7%、硬脂酸 1.6%、癩酸 0.3%、油酸 6.2%、亚油酸 5.4%、十二碳酸 0.3%、十四碳烯酸 7.2%,又含氨基酸,其中脯氨酸占 15% 以上^[15]。目前对槟榔化学成分的研究集中在槟榔碱^[16]。大量实验研究表明槟榔中主要有 4 种生物碱,分别是槟榔碱、槟榔次碱、去甲基槟榔碱、去甲基槟榔次碱;后来研究人员又发现了异去甲基槟榔次碱、高槟榔碱。其他有效成分还有槟榔多酚、总黄酮、槟榔油等^[17]。采用硅胶柱色谱和 Sephadex LH-20 等分离方法,对马槟榔 *Capparis masaiikai* 果实的化学成分进行分离纯化,依据理化性质及波谱数据分析进行结构鉴定,从中分离鉴定了 10 个单体化合物,分别为:杜仲树脂酚(1)、erythroguaiacylglycerol- β -O-4'-sinapyl ether(2)、hedytol C(3)、hedytol A(4)、hedytol B(5)、ozoroalide(6)、5 α , 6 α -epoxy-3 β -hydroxyergosta-22-ene-7-one(7)、松柏醛(8)、3-羟基-5-(对羟基苯基)戊酸(9)、 β -hydroxypro-piovanillone(10)。分离得到的化合物结构类型包括木脂素、大环内酯、甾醇及酚类。化合

物 1~10 为首次从该植物中分离,其中 1~7 为首次从该属植物中分离得到^[18]。槟榔也具有口腔细胞毒性、生殖细胞毒性、肝细胞毒性、免疫细胞毒性^[19]。高良姜为姜科植物高良姜(*Alpinia officinarum* Hance)的干燥根茎。根茎含有黄酮类、挥发油、甾醇类化合物,以及鞣质、淀粉、脂肪及微量元素等化学成分,其中的黄酮类成分为其有效成分之一。目前已从其药材中分离鉴定了几十种化合物^[20]。草果为姜科植物草果(*Amomum tsao-ko* Grevost et Lemaire)的干燥成熟果实。临床常以炮制品入药,炮制的方法历代本草均有记载。然而有关炮制品的成分及炮制机理的研究较少^[21]。目前国内外学者主要集中于草果挥发油成分的研究,他们主要对不同产地、不同提取方法(水蒸气蒸馏法、微波萃取技术等)以及草果全株各部位的挥发油进行提取,并对其化学成分进行了比较分析^[22]。草果中含有挥发油,油中含 α 、 β -蒎烯,1,8-桉油素,对一聚伞花素,壬醛,癩醛,芳樟醇,樟脑, α -松油醇,香叶醇,草果酮,橙花叔醇等。尚含 Zn、Cu、Fe、Ni、Mn、Co 等无机元素^[23]。草果具有调节胃肠功能、降脂减肥、降血糖、抗氧化、抗肿瘤、防霉和抗炎镇痛等作用^[24]。在高良姜叶的甲醇提取液中共鉴定出分属于两类成分的 16 个化合物,其中黄酮类物质白杨素、乔松素、杨芽黄素、芹菜素、高良姜素、高良姜素-3-O-甲醚、金合欢素、山柰酚、山柰素、槲皮素、异鼠李素、芦丁。二芳基庚烷类成分包括益智酮甲、益智醇、六氢姜黄素和 hannokinol^[25]。白豆蔻为姜科植物白豆蔻(*Amomum kravanh* Pierre ex Gagnep.)或爪哇白豆蔻(*Amomum compactum* Soland ex Maton)的干燥果实^[26]。含有主要成分 1,8-桉叶油素及 α 、 β -蒎烯、 α -松油醇、松油醇-4、芳樟醇^[27]。白豆蔻精油的化学成分主要是由单萜烯类化合物、倍半萜烯类化合物以及萜烯类氧化物构成的,并且以前两类化合物占大多数。无论任何产地的白豆蔻精油,均以桉油精为含量最高的化学成分^[28]。白豆蔻属名贵中药材之一,始载于唐代《开元本草》,又名白豆蔻、白寇仁,性辛、温,入脾、胃、肺经,为姜科植物白豆蔻口口或爪哇白豆蔻的干燥成熟果实,具有芳香化湿、健胃止呕、抑菌防腐之功效。其主要药效成分为桉油精,起解热、消炎、抗菌的作用。白豆蔻是三仁汤的主要组方药材之一,临床上多配伍使用,主治呕恶欲吐、胃脘胀满、妊娠呕吐、口臭等症^[29]。

方中苏木、高良姜、木香、槟榔的薄层色谱鉴别鉴了 2015 年版《中华人民共和国药典》方法,展开

剂比例做了适当调整,结果均能达到良好分离,斑点清晰,重复性好;结果表明,该方法简便、斑点清晰可以作为定性鉴别和检查来控制药品的质量。

通过对苏木中巴西苏木素和原苏木素 B 高效液相色谱分析,在 285 nm 处有较高吸收,为方便检验,选择检测波长为 285 nm,在 285 nm 处测定峰面积响应及线性良好。

对流动相进行了优选,包括不同比例的甲醇-水,乙腈-水等流动相系统,最终选用乙腈-水溶液(11:89)为流动相,巴西苏木素和原苏木素 B 的色谱峰型好,保留时间适宜,分离效果较好。

参考文献

[1]内蒙古自治区卫生厅. 内蒙古蒙成药标准[S]. 赤峰:内蒙古科学技术出版社,1984:267.

[2]中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准(蒙药分册)[S]. 北京:中国医药科技出版社,1998:104.

[3]李争春,郭彩霞,白宝清,等. 苏木水提物化学组成分析及有效成分的纯化结构表征[J]. 中草药,2014,45(8):1063-1067.

[4]赵焕新,白虹,李巍,等. 苏木化学成分的研究[J]. 食品与药品,2010,12(5):176-179.

[5]王玉刚,雷帆,柴玉爽,等. 巴西苏木红素与血清白蛋白及血浆成分结合率研究[J]. 中国药理学杂志,2012,47(3):228-231.

[6]刘慧灵,马国需,袁经权,等. 苏木种子的二萜类化学成分研究[J]. 中草药,2014,45(20):2900-2903.

[7]王鑫,赵焕新,牟艳玲,等. 苏木的化学成分[J]. 食品与药品,2013,15(2):86-88.

[8]杨喜花,王国平,张蕻,等. 苏复宁洗液(冻干)质量标准研究[J]. 中国药物与临床,2014,14(10):1359-1361.

[9]刘国慧,赵春波,殷洪涛,等. 苏木提取物抗肿瘤作用的研究进展[J]. 现代生物医学进展,2015,15(9):1791-1793,1784.

[10]杨喜花,任连生,赵莉莉,等. 原苏木素 B 对膀胱癌细胞 BTT 和 T24 的增殖抑制作用[J]. 中国药物与临床,2015,15(7):937-938.

[11]柴彦,陆颖,任爱农. 高效液相色谱法同时测定茴香颗粒中木香烯内酯和去氢木香内酯的含量[J]. 中南药学,2013,11(9):689-691.

(上接第 471 页)

[8]李睿,翟华强,田伟兰,等. 中药煮散的历史源流及其与现代配方颗粒的对比性分析[J]. 中国中药杂志,2016,41(5):965-969.

[9]穆兰澄,曹京梅,李冀湘,等. 中药煮散的历史沿革与现代研究概述[J]. 中国实验方剂学杂志,2008,14(7):74-75.

[10]Wu L, Sun W, Wang B, et al. An integrated system for identifying the hidden assassins in traditional medicines containing aristolochic acids[J]. Sci Rep, 2015, 5:11318.

[11]Wang M, Zhao H X, Wang L, et al. Potential use of DNA barcoding for the identification of Salvia, based on cpDNA and nrDNA sequences[J]. Gene, 2013, 528(2):206-215.

[12]孙潘阳,王小静,潘娟,等. 木香烯内酯的药理作用及构效关系研究进展[J]. 中南药学,2013,11(2):108-112.

[13]国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:342-343.

[14]何晓燕,吴纯洁. 槟榔炒制过程中物质基础与生物效应变化规律研究[D]. 成都:成都中医药大学,2014.

[15]申秀丽,段亮亮. 槟榔的化学成分及药理研究进展[J]. 宜春学院学报,2009,31(2):95-97.

[16]牟肖男,杨文强,王文婧,等. 槟榔的化学成分[J]. 暨南大学学报:自然科学与医学版,2014,35(1):56-60.

[17]张渝渝,杨大坚,张毅. 槟榔的化学及药理研究概况[J]. 重庆中草药研究,2014,11(1):37-44.

[18]廖金华,胡旭佳,苑春茂,等. 马槟榔果实的化学成分研究(英文)[J]. 天然产物研究与开发,2014,26(11):1780-1784.

[19]古桂花,胡虹,曾薇,等. 槟榔的细胞毒理研究进展[J]. 中国药房,2013,24(19):1814-1818.

[20]赵晓嵘. 高良姜质量控制方法和抗菌活性研究[D]. 沈阳:沈阳药科大学,2009.

[21]丁艳霞,崔秀明,戴云. 草果的研究进展[J]. 特产研究,2005,27(4):60-63.

[22]巴乐玛,呼格吉乐. 蒙药四味草果汤研究进展[J]. 基层医学论坛,2009,13(5):163-164.

[23]汪文来,马长华. 类风关颗粒剂剂学、质量标准及稳定性研究[D]. 北京:北京中医药大学,2005.

[24]代敏,彭成. 草果的化学成分及其药理作用研究进展[J]. 中药与临床,2011,2(4):55-59.

[25]谭银丰,李海龙,李友宾,等. 高良姜叶中的化学成分[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(3):37-40.

[26]吴惠勤,黄晓兰,林晓珊,等. 白豆蔻挥发油 GC-MS 指纹图谱研究[J]. 中药材,2006,29(8):788-792.

[27]游建军,彭建明,张丽霞,等. 白豆蔻引种栽培研究进展[J]. 中成药,2009,31(12):1916-1918.

[28]邸胜达,姜子涛,李荣. 天然调味香料白豆蔻精油的研究进展[J]. 中国调味品,2015,40(1):123-127.

[29]高英. 砂范消食口服液的研制[D]. 广州:广州中医药大学,2011.

(2016-11-14 收稿 责任编辑:杨觉雄)

[12]Yuan QJ, Zhang B, Jiang D, et al. Identification of species and materia medica within Angelica L. (Umbelliferae) based on phylogeny inferred from DNA barcodes[J]. Mol Ecol Resour, 2015, 15(2):358-371.

[13]Chen S, Pang X, Song J, et al. A renaissance in herbal medicine identification: from morphology to DNA[J]. Biotechnol Adv, 2014, 32(7):1237-1244.

[14]陈士林,刘安,李琦,等. 中药饮片标准汤剂研究策略[J]. 中国中药杂志,2016,41(8):1367-1375.

(2017-01-03 收稿 责任编辑:杨觉雄)