

石菖蒲鲜、干药材及其不同部位中挥发油, α -细辛醚 和 β -细辛醚的含量比较

唐怡, 李健康, 刘校妃, 舒积成, 杨武亮, 袁金斌*
(江西中医药大学 现代中药制剂教育部重点实验室, 南昌 330004)

[摘要] 目的: 比较石菖蒲鲜、干药材及其根茎和叶中挥发油 α -细辛醚和 β -细辛醚的含量, 为该药材的加工和用药方式选择提供实验依据。方法: 采用水蒸气蒸馏法提取石菖蒲挥发油, 通过超声提取法提取 α -细辛醚和 β -细辛醚, 利用 HPLC 测定石菖蒲鲜品和干品根茎、叶中 α -细辛醚和 β -细辛醚的含量, 流动相水-甲醇(65:35) 检测波长 257 nm。根据样品处理条件折算出 α -细辛醚和 β -细辛醚的质量分数并进行比较。结果: 石菖蒲经烘干处理后挥发油含量降低, 根茎中挥发油的含量较叶中的含量高。 β -细辛醚在鲜药材和干药材根茎中的质量分数分别为 2.81% 和 1.70%, 在鲜药材和干药材叶中质量分数分别为 0.90% 和 0.75%。 α -细辛醚在鲜药材和干药材根茎中的质量分数分别为 0.03% 和 0.02%, 在鲜药材和干药材叶中的质量分数分别为 0.05% 和 0.04%。结论: 石菖蒲干、鲜药材中活性成分的差异较小, 均适合药用; 石菖蒲叶中的活性成分含量不可忽视, 考虑到叶在全草中占较大的比重, 建议石菖蒲可以全草入药。

[关键词] 石菖蒲; 挥发油; β -细辛醚; α -细辛醚; 鲜药材

[中图分类号] R284.1; R284.2; R282.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)05-0036-04

[doi] 10.13422/j.cnki.syfx.2016050036

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160120.1448.006.html>

[网络出版时间] 2016-01-20 14:48

Comparison of Contents of Volatile Oil, α -Asarone and β -Asarone in Rhizomes and Leaves of Fresh and Dry Products of *Acori Tatarinowii* Rhizoma

TANG Yi, LI Jian-kang, LIU Xiao-fei, SHU Ji-cheng, YANG Wu-liang, YUAN Jin-bin*
(Key Laboratory of Modern Preparation of Traditional Chinese Medicine (TCM),
Ministry of Education, Jiangxi University of TCM, Nanchang 330004, China)

[Abstract] **Objective:** To compare contents of volatile oil, α -asarone and β -asarone in rhizomes and leaves of fresh and dry products of *Acori Tatarinowii* Rhizoma, in order to provide experimental basis for reasonable application of this herb. **Method:** Volatile oil in *Acori Tatarinowii* Rhizoma was extracted by steam distillation, α -asarone and β -asarone in rhizomes and leaves were extracted by ultrasonic extraction method. HPLC was employed to determine contents of α -asarone and β -asarone with mobile phase of water-methanol (65:35) and detection wavelength at 257 nm. **Result:** The content of volatile oil in fresh products was markedly higher than that in dry products, this index in rhizomes was higher than that in leaves. Contents of α -asarone and β -asarone in fresh products was higher than that in dry products, the content of α -asarone in leaves was higher than that in rhizomes, the content of β -asarone in rhizomes was higher than that in leaves. **Conclusion:** Difference of active ingredients between dry and fresh products is small, both of them can be used in medicine. Contents of active ingredients in leaves can not be ignored, allowing for a large proportion of leaves in the whole herb, leaves of

[收稿日期] 20150706(014)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81260605)

[第一作者] 唐怡, 在读硕士, 从事中药质量控制研究, Tel: 13507914907, E-mail: mmmc2013@163.com

[通讯作者] * 袁金斌, 博士, 副教授, 从事中药质量控制研究, Tel: 0791-87118658, E-mail: kings2008@163.com

Acori Tatarinowii Rhizoma could be used in medicine.

[Key words] *Acori Tatarinowii Rhizoma*; volatile oil; β -asarone; α -asarone; fresh herbs

研究表明石菖蒲主要成分为挥发油类,具有保护神经和心血管细胞、抗心律失常、调节胃肠道和呼吸系统的作^[1-3]。临床除了用于镇静、催眠和抗惊厥^[1]外,还能治疗支气管哮喘、昏迷和镇惊疗^[3]。 α -细辛醚和 β -细辛醚为其挥发油的主要成分及活性成分^[1-3],故这 2 种成分常用作石菖蒲的质量评价指标。

中药为了便于运输贮藏,多以干品入药。对个别品种,医生从药物功能上考虑,加之当地有产,时令适当,多采用鲜药。将鲜药做成干药时,除水分散逸外,其有效成分如挥发油亦有不同程度的损失^[4]。石菖蒲新鲜的根茎和叶均有较浓的芳香气味,古医籍也有关于鲜石菖蒲入药的记载,此外,石菖蒲的药用部位为干燥根茎,查阅资料,不难发现古籍《普济方》中就有记载:石菖蒲(石上一寸九节者)可治少小热风病,兼失心者;陈峰^[5]从粉碎的石菖蒲叶中提取到了治疗老年痴呆的活性成分。基于上述问题,本实验选取南昌梅岭的石菖蒲为研究对象,采用水蒸气蒸馏法提取石菖蒲根茎和叶的挥发油,比较其在鲜品和干品中的总含量;以 α -细辛醚和 β -细辛醚含量为评价依据,采用 HPLC 测定石菖蒲鲜品和干品根茎和叶中这 2 种成分的含量,根据样品处理条件折算出 α -细辛醚和 β -细辛醚的质量分数并进行比较,为石菖蒲药材的加工和用药方式选择提供实验依据。

1 材料

1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司),BT224S 型 1/10 万电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司),GZX-9140MBE 型数显电热鼓风干燥箱(上海博讯实业有限公司医疗设备厂),SL-100 型高速多功能粉碎机(浙江省永康市松青五金厂),MH-1000 型 1 L 电热套(北京科伟永兴仪器有限公司)。

α -细辛醚和 β -细辛醚对照品(美国 Sigma-Aldrich 公司,批号分别为 35848, 221074-1G),水为自制双蒸水,甲醇为色谱纯或分析纯,其他试剂均为分析纯。石菖蒲药材为 2014 年 11 月采集于南昌梅岭,经江西中医药大学舒积成副教授鉴定为天南星科植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* 的全草。

2 方法与结果

2.1 药材处理 新采集的石菖蒲药材经洗净、去

杂,晾干水分后,作为鲜药材。分别称取同一批石菖蒲鲜药材的根茎和叶部位,于 60 °C 干燥箱中烘制 8 h^[4-5],得石菖蒲 2 个部位的干药材。称定质量,计算石菖蒲鲜干比(鲜药材与干药材的质量比)和根茎与叶的质量比,平行测定 6 份样品。结果表明石菖蒲根茎的鲜干比 2.95,叶的鲜干比 5.69;鲜品的根茎与叶之比 0.47,干品的根茎与叶之比 0.72。

2.2 挥发油的提取 分别称取新鲜石菖蒲根茎和叶适量(干品为鲜品 60 °C 干燥箱中烘制 8 h 而成^[4-5]),置 1 L 圆底烧瓶中,加 10 倍量水用水蒸气蒸馏法提取 6 h,静置片刻,读取挥发油体积,计算样品中挥发油质量分,鲜药材中挥发油含量为经鲜干比折算后的数据。石菖蒲鲜品根茎和叶中的挥发油质量分数分别为 2.36%, 1.42%;干品根茎和叶中的挥发油质量分数分别为 1.40%, 1.00%。

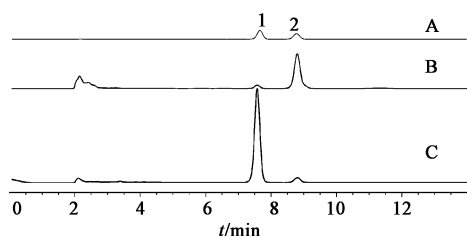
2.3 α -细辛醚和 β -细辛醚的含量测定

2.3.1 混合对照品溶液制备 精密称取 α -细辛醚和 β -细辛醚对照品适量,置于 10 mL 量瓶中,用甲醇定容至刻度,得每 1 mL 含 α -细辛醚 0.502 mg 和 β -细辛醚 2.504 mg 的混合对照品溶液。精密量取该混合对照品溶液 5 mL,加甲醇溶解并稀释至 10 mL,摇匀,得 α -细辛醚和 β -细辛醚质量浓度分别为 0.251, 1.252 g·L⁻¹的混合对照品溶液,避光低温保存。

2.3.2 供试品溶液制备 将石菖蒲的根茎和叶分别剪成 0.5 ~ 1 cm 的小段,取样约 2 g(按鲜药材称取,干药材按鲜干比计算称取),置 50 mL 锥形瓶中,加入甲醇 25 mL,超声 30 min(150 W, 40 kHz),续加甲醇 20 mL,超声提取 30 min,加甲醇定容至 50 mL 量瓶中,摇匀,用 0.22 μ m 微孔滤膜滤过,即得^[6-7]。

2.3.3 色谱条件及系统适用性试验 XtimateTM C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μ m),流动相水-甲醇(65:35),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 257 nm,柱温 30 °C,进样量 20 μ L。见图 1。

2.3.4 线性关系考察 取混合对照品溶液,分别稀释 1, 10, 25, 50, 75, 100 倍,配制成系列质量浓度的混合对照品溶液,分别按 2.3.3 项下色谱条件测定,以质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,得 α -细辛醚和 β -细辛醚线性方程分别为 $Y = 197.583X - 10.849$ ($r = 0.9993$), $Y = 8.238X - 0.115$ ($r = 0.9999$) 线性范围



1. 对照品; 2. 叶; 3. 根茎; A. β -细辛醚; B. α -细辛醚

图 1 鲜石菖蒲 HPLC

Fig. 1 HPLC chromatograms of fresh *Acori Tatarinowii* Rhizoma

分别为 2.51 ~ 251, 12.52 ~ 1 252 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

2.3.5 精密度试验 精密吸取同一混合对照品溶液 20 μL 按 2.3.3 项下色谱条件连续进样 6 次, 计算 α -细辛醚和 β -细辛醚峰面积的 RSD 分别为 0.7% 和 0.6% 表明仪器精密度良好。

2.3.6 稳定性试验 精密吸取同一石菖蒲干燥根

茎供试品溶液适量, 分别于配制后 0, 2, 4, 8, 10, 12, 24 h 按 2.3.3 项下色谱条件测定, 计算 α -细辛醚和 β -细辛醚 24 h 内峰面积的 RSD 依次为 1.0% 和 1.6%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.3.7 重复性试验 密称取同一石菖蒲干燥根茎样品, 共 6 份, 按 2.3.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.3.3 项下色谱条件测定, 计算 α -细辛醚和 β -细辛醚含量的 RSD 分别为 1.9% 和 2.3%, 表明该方法重复性良好。

2.3.8 加样回收试验 取已知 α -细辛醚和 β -细辛醚含量的石菖蒲干燥根茎样品 6 份, 每份 1.0 g, 精密称定, 加入适量 α -细辛醚和 β -细辛醚对照品, 按 2.3.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.3.3 项下色谱条件测定, 计算加样回收率, 结果见表 1, 表明该方法准确可靠。

表 1 α -细辛醚和 β -细辛醚的加样回收率试验

Table 1 Recovery tests of α -asarone and β -asarone

成分	称样量/g	样品中量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
α -细辛醚	0.999 9	0.211 3	0.200	0.402 3	95.5	96.0	1.3
	1.000 1	0.213 0	0.200	0.403 1	95.1		
	1.000 3	0.212 8	0.200	0.407 1	97.2		
	1.000 2	0.212 0	0.200	0.402 2	95.1		
	1.000 5	0.211 1	0.200	0.401 3	95.1		
	1.000 3	0.211 4	0.200	0.407 4	98.0		
β -细辛醚	0.999 9	17.189 4	17.000	34.194 1	100.0	97.0	2.8
	1.000 1	17.112 8	17.000	33.423 3	95.9		
	1.000 3	17.111 2	17.000	33.419 1	95.9		
	1.000 2	17.114 7	17.000	33.041 9	93.7		
	1.000 5	17.101 5	17.000	33.388 4	95.8		
	1.000 3	17.100 7	17.000	34.184 3	100.5		

2.3.9 样品测定 分别取石菖蒲鲜品和干品的根茎、叶 2 个部位, 按 2.3.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.3.3 项下色谱条件测定, 计算石菖蒲鲜品和干品根茎和叶 2 个部位中 α -细辛醚和 β -细辛醚的含量, 其中鲜药材成分含量为经鲜干比折算后的数据。结果鲜药材根茎中二者的质量分数分别为 0.03% 和 2.81%, 叶中分别为 0.05% 和 0.90%; 干药材根茎中二者的质量分数依次为 0.02% 和 1.70%, 叶中分别为 0.04% 和 0.75%。

3 讨论

本文通过水蒸气蒸馏法分别得到石菖蒲鲜、干品根茎和叶的挥发油, 含量均达 2015 年版《中国药

典》的标准(挥发油质量分数 > 1.0%)。实验数据结果表明石菖蒲经烘干处理挥发油含量降低; 根茎中挥发油的含量较叶中的含量高。

2010 年版《中国药典》规定石菖蒲的干燥方法为晒干^[8]。由于当时天气状况, 应及时对石菖蒲药材进行干燥处理。本文采取晒干的替代方法, 60 $^{\circ}\text{C}$ 低温烘干 8 h^[4-5, 8]。 α -细辛醚和 β -细辛醚是石菖蒲挥发油的主要成分, 二者占挥发油总质量分数高达 93.27%^[9]。实验数据表明所有样品中 β -细辛醚的含量均高于 α -细辛醚的含量; 鲜药材中 α -细辛醚和 β -细辛醚的含量均大于其在干药材中的含量, α -细辛醚和 β -细辛醚很有可能在烘干处理过程中有所散失。但研究发现石菖蒲干、鲜药材中活性成分的

含量差异较小。

石菖蒲不同药用部位中 α -细辛醚和 β -细辛醚的含量相差较大。 β -细辛醚在鲜药材和干药材根茎中的质量分数分别为2.81%和1.70% ,在鲜药材和干药材叶中质量分数分别为0.90%和0.75% ,表明 β -细辛醚在石菖蒲根茎中的含量明显高于叶中的含量。 α -细辛醚在鲜药材和干药材根茎中的质量分数分别为0.03%和0.02% ,在鲜药材和干药材叶中的质量分数分别为0.05%和0.04% , α -细辛醚在石菖蒲叶中的含量高于根茎中的含量。现代研究发现 α -细辛醚和 β -细辛醚均具有解痉、镇静催眠、抗焦虑、抗抑郁等作用 ,且前者的解痉、镇静催眠及抗焦虑作用要强于后者 ,但 β -细辛醚的抗抑郁作用强于 α -细辛醚^[2-3,10]。鉴于 α -细辛醚、 β -细辛醚和挥发油在叶中的含量较高、在某些药理作用中的药理活性较强 ,且石菖蒲叶占全草的比重较大 ,为节约资源 ,建议石菖蒲可全草入药。

[参考文献]

[1] 韩亚亮,刘萍,何新荣,等.石菖蒲挥发油的基本成分及其药理作用研究进展[J].中国药物应用与监测,2011,8(2):120-123.

- [2] 王睿,费洪新,李晓明,等.石菖蒲的化学成分及药理作用研究进展[J].中华中医药学刊,2013,31(7):1606-1609.
- [3] 冯波,靖慧军,郭敏娟,等.石菖蒲挥发油和水煎液的抗焦虑作用[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(9):207-210.
- [4] 董小萍,邓放.石菖蒲质量标准研究进展[J].成都中医药大学学报,2001,24(1):60-63.
- [5] 陈峰.石菖蒲提取物制备治疗老年痴呆症药物的用途:中国,ZL201210453882.8[P].2013-01-30.
- [6] 柯雪红,魏刚,方永奇.HPLC测定石菖蒲药材中 β -细辛醚、 α -细辛醚的含量[J].中成药,2002,24(10):791-792.
- [7] 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,2015:91-92.
- [8] 柳梦婷,方婧,吴宏伟,等.高效液相色谱法同时检测石菖蒲中 β -细辛醚、 α -细辛醚的含量[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(19):75-78.
- [9] 唐怡,任刚,黄群,等.石菖蒲挥发油化学成分的GC-MS分析[J].江西中医药,2014,12(12):60-62.
- [10] 边洪伟,杜志云,唐莹. α -细辛醚和 β -细辛醚对中枢神经系统作用的比较研究[J].卫生与健康,2013(9):267-268.

[责任编辑 刘德文]