



川芎化学成分分离鉴定与藁本内酯的含量测定分析

范修建 (永州市宁远县中医医院 湖南宁远 425600)

摘要: 目的 分析川芎化学成分的分离鉴定与藁本内酯的含量测定。方法 选择乙醇渗漉进行提取,选择硅胶柱色谱进行分离,选择 ^{13}C -NMR、 ^1H -NMR对化合物结构进行鉴定;选择高效液相色谱法对藁本内酯含量进行测定。结果 分离鉴定出Z,Z'-6,6',7,3'-a-二聚藁本内酯、Z-6,8',7,3'-二聚藁本内酯、Z-藁本内酯3个化合物。结论 通过分析鉴定川芎化学成分,能有效制备藁本内酯标准品,通过对藁本内酯的含量进行测定,能有效控制川芎药材的质量。

关键词: 川芎 化学成分 分离鉴定 藁本内酯 含量测定

中图分类号: R284 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-5187 (2018) 01-037-02

川芎是临床中常用的中药之一,其性温、微苦、味辛,作用主要为理气止痛、活血化瘀等,主要用于治疗瘀血证和头痛^[1]。国内外有关川芎化学成分的研究报道较多,主要包括酚(酸)性成分、生物碱以及挥发油等。川芎内的有效成分主要为藁本内酯,其作用主要为对中枢神经系统进行抑制、对气管和子宫平滑肌进行松弛、抗血小板聚集等,川芎内的藁本内酯含量大于1%,而川芎挥发油内的藁本内酯含量则超过了30%^[2]。所以在评价川芎药材的质量时,藁本内酯是非常主要的一项指标。本研究主要分析了川芎化学成分的分离鉴定与藁本内酯的含量测定,希望能为控制川芎药材的质量提供依据,具体情况如下。

1 一般资料

1.1 仪器

选择上海精密科学仪器有限公司的SGW-4型显微熔点测定仪;选择美国Nicolet公司的Nicolet FTMS-2000型质谱仪;选择瑞士Bruker公司的Bruker Avance600型核磁共振仪;选择日本岛津公司的LC-10A型高效液相色谱仪、CLASS-VP工作站、SPD-10A型紫外检测器;选择德国BP211D型十万分之一电子分析天平;选择无锡科达公司的MV-Vis8500型紫外-可见分光光度计;选择上海申胜生物技术有限公司的R-201型旋转蒸发器;选择上海必能信超声波有限公司的BUG25-12型超声波清洗机。

1.2 试剂

选择青岛海洋化工厂的柱色谱硅胶;色谱纯选择美国TEDIA公司的甲醇;选择成都市科龙化工试剂厂的分析纯;选择四川都江堰徐渡乡川芎中药材生产质量管理规范基地和西南药都市场的川芎药材样品10份,鉴定结果显示为川芎L.chuanxiong Hort. 干燥根茎。

2 方法与结果

2.1 提取和分离

选择1.5kg川芎粗粉,利用乙醇渗漉进行提取,获得120g提取物;选择50g提取物,利用硅胶柱色谱进行分离,选择石油醚(30-60℃)-乙醚(9:1)进行洗脱和石油醚(60-90℃)-乙酸乙酯(9:1,8:2)进行梯度洗脱,获得150mg化合物1,15mg化合物2,88mg化合物3。

2.2 结构鉴定

①化合物1:存在轻微的酯香味,表现为浅黄色的油状物;UV $\gamma_{\max}$ nm为207、283、320;电子轰击离子源(EI)-MS为:190(M^+),161(基峰),148,133,120,106,78,55。 ^1H -NMR(CDCl_3 ,600MHz) δ :0.96(3H,t,J=0.75,H-11),1.50(2H,m,H-10),2.38(2H,q,J=7.5,H-9),2.46(2H,m,H-5),2.60(2H,t,J=9.6,H-4),5.23(1H,t,J=7.8,H-8),6.01(1H,m,H-6),6.28(1H,d,J=9.6,H-7),上述光谱数据和Z-藁本内酯相符。②化合物2:表现为白色片状结晶,

mp为134-136℃,NMR光谱数据和Z-6,8',7,3'-二聚藁本内酯相符。③化合物3:表现为白色粉末,mp为124-126℃,NMR光谱数据和Z,Z'-6,6',7,3'-a-二聚藁本内酯相符。

2.3 藁本内酯的含量测定

①色谱条件:选择Hypersil ODS C_{18} 色谱柱,选择甲醇-水(60:40)为流动相,流速设置为每分钟1ml;检测波长设置为320nm。按照上述色谱条件,川芎药材内的藁本内酯和其他组分能实现基线分离。②制备标准品溶液:选择60mg藁本内酯标准品,精密称定后将其放置在25ml棕色量瓶内,加入甲醇,溶解稀释到相应刻度,然后将其摇匀,将其当成对照品贮备液,其浓度为2.42mg/ml,精确量取1ml,将其放入到10ml棕色量瓶内,加入甲醇将其稀释到相应刻度,将其摇匀后获得标准品溶液。③制备供试品溶液:选择0.5g药材粉末,将其放入到具塞锥形瓶内,加入25ml甲醇,进行密封和称重,超声提取45min,取出后进行称重,加入甲醇将失重不足,摇匀后进行过滤处理,选择续滤液即获得供试品溶液。④测定样品含量:选择川芎样品,根据上述方法制备供试品溶液,各进样10 μL ,进行2次测定,按照回归方程对样品内的藁本内酯含量进行计算,具体情况如表1。

表1:川芎藁本内酯的质量分数观察

编号	来源	藁本内酯质量分数(%)
1	西南药都市场	0.52
2	西南药都市场	0.65
3	西南药都市场	0.68
4	西南药都市场	0.73
5	都江堰徐渡乡川芎中药材生产质量管理规范基地	0.70
6	都江堰徐渡乡川芎中药材生产质量管理规范基地	0.69
7	都江堰徐渡乡川芎中药材生产质量管理规范基地	0.56
8	都江堰徐渡乡川芎中药材生产质量管理规范基地	0.72
9	西南药都市场	0.74
10	西南药都市场	0.72

3 讨论

室温状态下,川芎内挥发油类成分的稳定性较差,容易出现氧化反应、脱氢反应等^[3],所以本研究选择乙醇渗漉和低沸程溶剂进行洗脱和分离,经济高效,条件比较温和,不会破坏川芎内的挥发性成分,保证分离效果。

川芎药材内的藁本内酯含量较高,具有比较明确的药理作用,然而室温状态下藁本内酯的稳定性并不理想,现阶段在测量川芎含量时,是否可以将藁本内酯当成测定指标还存在一定争议^[4]。本研究所选择标准品为分离自制的藁本内酯,选择高效液相色谱法对藁本内酯含量进行测定,结果显示共分离鉴定出Z,Z'-6,6',7,3'-a-二聚藁本内酯、Z-6,8',7,3'-

(下转第39页)



动脉栓塞治疗技术具有操作方便、安全、微创、副作用少且可保留患者子宫使其具有生育功能等优点,所以,选择性子宫动脉栓塞在临床治疗子宫肌瘤上得到了广泛应用,能够有效的改善患者的预后^[4-5]。在治疗子宫肌瘤的过程中采用合理有效的护理模式也是最重要的一点。

本次研究中,我院在对患者采用选择性子宫动脉栓塞治疗子宫肌瘤的过程中,观察组采用了全方位、全面的优质护理干预,与对照组采用常规护理方法比较可以得知,观察组子宫肌瘤患者月经减少例数(24例)显著于对照组患者的月经减少例数(21例),差异具有统计学意义($p < 0.05$);观察组患者的子宫肌瘤缩小例数(29例)也明显多于对照组患者的子宫缩小例数(19例);差异具有统计学意义($p < 0.05$);观察组患者的贫血症状有效缓解例数(27例)也优于对照组的有效例数(17例),差异具有统计学意义($p < 0.05$)。在治疗中对患者进行全面性的优质护理,对患者进行术前心理疏导、术前准备,在手术结束后密切监测患者的脉搏、呼吸、血压等生命体征、阴道清洁、饮食护理以及

出院指导等措施,尽量满足患者的一切合理需求,提高护理服务的满意度。

综上所述,采用选择性子宫动脉栓塞治疗子宫肌瘤能够有效的改善患者的预后,以及治疗效果;再其治疗过程中对患者进行全面性的优质护理干预,能够使治疗效果更加有效,值得在临床上推广使用。

参考文献

- [1] 陈晓敏. 子宫肌瘤选择性子宫动脉栓塞临床护理体会[J]. 中外女性健康研究, 2015(15):74-75.
- [2] 张琳. 子宫肌瘤选择性子宫动脉栓塞的护理分析[J]. 世界最新医学信息文摘, 2016, 16(20): 208-209.
- [3] 徐春仙, 胡红霞. 子宫肌瘤选择性子宫动脉栓塞临床护理要点分析[J]. 世界最新医学信息文摘, 2015, 15(60): 237.
- [4] 吴江梅, 冉莉. 子宫肌瘤选择性子宫动脉栓塞临床护理分析[J]. 临床医学研究与实践, 2016, 1(12):154-155.
- [5] 李春丽, 丁献菊, 安玉娟. 子宫肌瘤患者实施子宫动脉栓塞术治疗的护理体会[J]. 河南外科学杂志, 2016(4):153-154.

(上接第 34 页)

林属于 β -内酰胺类抗生素的一种, 杀菌作用强大。枸橼酸钾属于黏膜保护剂, 有较强的抑制幽门螺杆菌的作用, 其不良反应是大便发黑, 停药后即可消失。

观察组患者的治疗有效率与对照组相比, 明显优于后者, 差异具有统计学意义($P < 0.05$)。观察组 NRS 评分与对照组相比, 无明显统计学差异($P > 0.05$)。

综上所述, 泮托拉唑是治疗老年消化性溃疡的首选用药,

治疗有效率高, 值得在临床上进一步探讨。

参考文献

- [1] 杨兆宇, 李仕同. 泮托拉唑与奥美拉唑治疗老年消化性溃疡疗效对比[J]. 中国老年学, 2012, 32(19):4263-4264.
- [2] 张鹏江, 李倩, 贾成文, 等. 泮托拉唑与奥美拉唑治疗老年消化性溃疡的疗效比较[J]. 临床军医杂志, 2013, 41(12):1282-1283.
- [3] 吴科峰. 泮托拉唑与奥美拉唑治疗老年消化性溃疡疗效对比分析[J]. 临床医学研究与实践, 2017, 2(17):31-32.

(上接第 35 页)

关活动性征象检查情况低于研究组($P < 0.05$), 表示多层螺旋 CT 能将患者病变组织情况准确反映出来, 有助于后期临床治疗疾病。

总之, 对活动性肺结核患者行多层螺旋 CT 检查, 具有较高的复发诊断率, 能为后期随访及患者预后提供数据支持, 值得应用推广。

参考文献

- [1] 毛群. 多层螺旋 CT 在活动性菌阴肺结核诊断中的应用价值研究[J]. 影像技术, 2017, 29(2):38-40.
- [2] 叶晓雪, 许崇永. 多层螺旋 CT 在肺结核诊断及分型中的应用价值[J]. 医学影像学杂志, 2014, 24(2): 321-323.
- [3] 陈华文, 彭光明. 多层螺旋 CT 在活动性菌阴肺结核诊断中的应用[J]. 湖北科技学院学报(医学版), 2017, 31(3):245-247.

(上接第 36 页)

的支持, 可有效减少呼吸肌做功, 潮气量明显增加, 血流通气比改善有效的缓解了呼吸肌无力的症状。此外改治疗方法具有操作简单、费用低、体积小、无创等一系列优点, 患者易于接受, 有效的保留了上呼吸道的防御功能和湿化功能。在 BiPAP 呼吸机治疗期间, 加强对患者的护理服务, 切实提升护理服务内涵, 同时根据患者的文化程度以及家庭情况进行个性化的心理疏导, 最大限度的消除患者心中紧张不安的负性情绪。

综上所述: BiPAP 无创呼吸机治疗可有效缓解 COPD 合并

呼吸衰竭患者的病情, 减少并发症, 提高安全性与有效性, 值得广大患者信赖和推广。

参考文献

- [1] 孙敏. 针对性护理在无创呼吸机治疗慢性阻塞性肺疾病合并 II 型呼吸衰竭中的效果分析[J]. 实用临床护理学电子杂志, 2017, 2(09):25-26.
- [2] 孔辉. 20 例无创呼吸机治疗老年慢性阻塞性肺疾病 II 型呼吸衰竭伴意识障碍患者的护理[J]. 泰山医学院学报, 2017, 38(08):949-950.
- [3] 姚琳, 孟晓皓. BiPAP 无创呼吸机联合呼吸兴奋剂治疗慢性阻塞性肺疾病合并 II 型呼吸衰竭患者的临床效果[J]. 中国药物经济学, 2016, 11(01):126-128.

(上接第 37 页)

二聚藁本内酯、Z-藁本内酯 3 个化合物。

总之, 通过分析鉴定川芎化学成分, 能有效制备藁本内酯标准品, 通过对藁本内酯的含量进行测定, 能有效控制川芎药材的质量, 让川芎药材的功效得以充分发挥, 让患者的临床疗效得以保证。

参考文献

- [1] 金玉青, 洪远林, 李建蕊等. 川芎的化学成分及药理作用研

究进展[J]. 中药与临床, 2013, 4(3):44-48.

- [2] 蔡皓, 乔凤仙, 裴科等. UHPLC-Q-TOFMS 和化学计量学方法分析川芎硫磺熏蒸前后化学成分的变化[J]. 质谱学报, 2017, 38(1):127-137.
- [3] 徐晓芳, 孙东东, 李祥等. 川芎水提部位化学成分的 UPLC-ESI-Q-TOF-MS 分析[J]. 南京中医药大学学报, 2013, 29(4):382-386.
- [4] 李静静, 杨会鸽, 范菲等. 川芎血清药物化学成分研究[J]. 化学与粘合, 2017, 39(4):307-309.