

北豆根中主要成分为生物碱,生物碱中活性成分为蝙蝠葛碱,以之为对照品,测定总碱含量

本方法操作简便,检测结果可靠,可作为该制剂的质量控制方法

参考文献:

[1] 郭晓庄. 中国中草药大辞典 [M]. 天津: 天津科技翻译出版公司, 1992.  
 [2] 张贵君. 常用中药鉴定大全 [M]. 哈尔滨: 黑龙江科学技术出版社, 1993.

## 不同种缬草中缬草三酯和缬草烯酸类成分的 HPLC分析和比较

黄仁泉, 张立, 杨建丽\*

(西安高科天诚医药生物工程有限公司, 陕西 西安 710075)

败酱科缬草属 (*Valeriana* L.) 植物入药部位为根茎<sup>[1-3]</sup>。缬草根作为镇静药已有很久的用药历史, 我国明代李时珍就曾在《本草纲目》中记载。国外可以追溯到两千年前的 *Discorides* 时代, 现在英、法、德等 20 余个国家的药典中均有记载<sup>[2]</sup>。

长期以来, 人们一直努力寻找缬草中起镇静作用的有效成分。近年来, 欧美学者倾向于认为缬草三酯和缬草烯酸类化合物是主要成分<sup>[2-7]</sup>, 同时以缬草烯酸作为缬草及其提取物的质量衡量标准。国内未见对各种缬草中上述有效成分的比较, 也未提出一个衡量缬草提取物的明确指标, 这影响了我国缬草在国际生药市场的地位。本研究对几种缬草中上述有效成分进行了 HPLC 分析和比较。

### 1 材料和仪器

东北缬草 *Valeriana coreana* Briq., 毛节缬草 *V. stubendorfi* Kreyerex Kom. 和黑水缬草 *V. amurensis* P. Smirn. ex Kom. 采自东北; 长序缬草 *V. hardwickii* Wall. 采自广西; 拔地麻 *V. pseudoofficinalis* C. Y. Cheng et H. B. Chen 和心叶缬草 *V. jalamansi* Jones 采自陕西秦岭; 欧缬草 *V. officinalis* L. 购自美国 Natrasource Inc. 公司。

缬草三酯 (valepotrite), 缬草烯酸 (valerenic acid), 乙酰基缬草烯酸 (acetoxo valerenic acid), 缬草烯醛 (valerenal) 和羟基缬草烯酸 (hydroxy valerenic acid) 对照品购自英国 Apin Chemicals Limited 公司。

Water 600 分析用色谱仪, Waters 468 UV-VIS 检测器, Waters 自动进样器。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Zorbax SB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.5% 磷酸 (80: 20);

流速: 1.5 mL/min; 波长 225 nm 结果见图 1

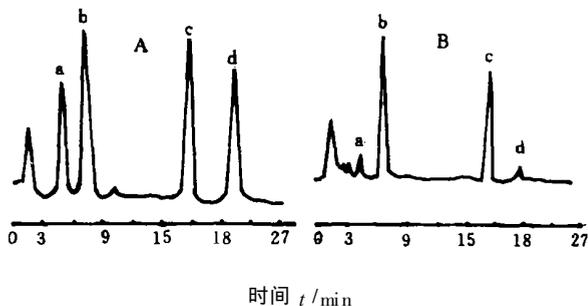


图 1 对照品 (A) 与欧缬草 (B) 的 HPLC 图

2.2 溶液的制备: 取缬草干燥根粉 (80 目筛) 约 100 mg, 精密称量, 置 10 mL 具塞试管中, 精密加入 80% 甲醇水溶液 2 mL, 超声 30 min, 离心 5 min, 上清液作为样品溶液。准确称取缬草烯酸、缬草烯醛、羟基缬草烯酸、乙酰基缬草烯酸和缬草三酯的对照品, 加甲醇溶液, 制成约 0.1 mg/mL 溶液, 作为对照品溶液。

2.3 标准曲线绘制: 准确稀释上述对照溶液 10 倍, 进样 5, 10, 15, 20, 25 μL, 按上述色谱条件依次进行分析测定, 计算得出多成分的回归方程及线性范围, 见表 1。

表 1 各成分工作曲线

名称	回归方程	r	线性范围 (μg)
羟基缬草烯酸	$Y = 3.044 \times 10^4 X + 0.072$	0.999 2	0.5~ 2.5
乙酰基缬草烯酸	$Y = 2.566 \times 10^4 X - 0.006$	0.998 7	0.1~ 2.5
缬草烯酸	$Y = 3.325 \times 10^4 X + 0.028$	0.999 1	0.05~ 2.0
缬草烯醛	$Y = 3.233 \times 10^4 X + 0.005$	0.996 8	0.05~ 2.0

2.4 精密度试验: 进样对照品溶液 10 μL, 连续进样 8 次, 羟基缬草烯酸、乙酰基缬草烯酸、缬草烯酸、缬草烯醛峰面积的 RSD 分别为 0.53%, 0.52%, 0.55%, 0.50%。

\* 收稿日期: 2002-05-30

2.5 重现性试验:对同一批样品测定 5份,4个成分峰面积 *RSD* 分别为 1.31%, 1.09%, 0.70%, 1.26%。

2.6 加样回收率试验:取已知含量样品溶液 5.0 mL,加入对照品溶液 5.0 mL,按样品测定方法分析,4个成分平均回收率分别为 99.03%, 98.92%, 99.37%, 99.28%, *RSD* 分别为 0.77%, 1.03%, 1.21%, 0.84%。

2.7 样品测定:结果见表 2 可见,各种缬草中均含有缬草三酯,以欧缬草含量最低,心叶缬草最高。除欧缬草外,其余几种缬草中缬草烯酸类化合物含量甚微或没有。因此,缬草烯酸类化合物可以作为特性成分来区别上述几种缬草,而缬草三酯不能。

表 2 不同缬草中缬草三酯和缬草烯酸类化合物的含量 (%)

来源	缬草三酯	缬草烯酸	缬草烯醛	羟基缬草烯酸	乙酰基缬草烯酸
欧缬草	1.1	0.080 00	0.01	0.010 00	0.090 00
心叶缬草	4.5	—	—	—	—
东北缬草	3.5	0.000 31	—	0.000 60	0.000 17
长序缬草	2.3	0.000 07	—	—	0.000 10
黑水缬草	3.1	—	—	—	0.000 43
毛节缬草	2.9	—	—	—	—
拔地麻	2.7	0.000 53	—	0.000 04	0.000 01

注:“—”为不含该成分

### 3 讨论

由于我国常见的缬草与欧缬草的生药功效基本

是一致的,且均经过多年的民间用药的验证,疗效确切。现代药理学研究表明:构成缬草疗效的有效成分是缬草烯酸类化合物和缬草三酯<sup>[2~9]</sup>。缬草三酯是各种缬草共有的特征性化合物<sup>[2~9]</sup>。因此,以缬草烯酸类化合物和缬草三酯作为缬草提取物的活性成分和质量标准较为合适。

致谢:中国科学院西北植物研究所杨金祥先生对样本进行了鉴定

#### 参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海:上海人民出版社, 1979.
- [2] Roy Upton. American Herbal Pharmacopoeia and Therapeutic Compendium [M]. Cloyce Wall, 1999.
- [3] BP[S]. 1993. Vol I.
- [4] Trease G E, Evans W C. Pharmacognosy [M]. 12 Ed. Great Britain Alden Press, Oxford, 1983.
- [5] Thies P W, Funke S. Uber die wirkstoffe des baldrians I. Mitteilung nachweis undisolierung von sedativ wirksamen isovaleriansaureestern aus wurzeln und rhizomen von verschiedenen valeriana und Centranthus arten [J]. Tetrahedron Lett, 1966, 11: 1155-1161.
- [6] Lin L J, Cordell G A, Balandrin M F. Valerian-derived sedative agents I. On the structure and spectral assignment of the constituents of valmane using the selective inept nuclear magnetic resonance technique [J]. Pharm Res, 1991, 8(9): 1089-1094.
- [7] Wagner H, Bladt S. Plant Drug Analysis [M]. Hong Kong Springer Press, 1995.
- [8] 谭文界,刘翠平. 缬草研究动态 [J]. 国外医药-植物药分册, 1996, 4(11): 153-156.
- [9] Manolov P, Petkov V. Screening studies of valepotriate fractions from the roots of *Valeriana officinalis* [J]. Farmatsiya (Sofia), 1976, 26(2): 29.

(上接第 981页)

3烯 (3.64%); 6,7-二甲基-1,2,3,5,8,8a-六氢萘 (3.59%); 2,7-二甲基-5-(1-甲基乙基)-1,8-壬二烯 (2.9%)等 18种化合物

由表 1可知,宁国产白术挥发油的成分和含量与文献报道有显著的差别。在同一种植物中,因生长环境的不同,所含挥发油的成分和含量会有显著差别<sup>[9]</sup>。宁国产白术挥发油化学成分与文献报道的不同之处,很可能是由于白术产地的不同所致。

另外,由表 1中可知,在白术挥发油中,倍半萜烯类组分及萜醇类组分相对含量较高。此外,白术挥发油中还含有少量的酮、酯及苯系物类化合物

#### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药政管理局,中国药品生物制品鉴定

所. 中药材手册 [M]. 北京:人民卫生出版社, 1989.

- [2] 中国药典 [S]. 一部. 1990.
- [3] 唐德方. 平江产白术的挥发油成分及其抗肿瘤作用研究 [J]. 药学通报, 1994, 19(9): 555.
- [4] 西川洋一,渡边四男也,濑户隆子. 木类生药成分の比较 [J]. 生药学杂志, 1975, 29(2): 139.
- [5] Masada Y. Analysis of essential oils by gas chromatography and mass spectrometry [M]. New York John Wile and Sons Ins, 1976.
- [6] Heller S R, Milne G W A. EPA/NIH mass spectral data Base [M]. Washington, US Government Printing Office, 1980.
- [7] 丛浦珠. 质谱学在天然有机化学中的应用 [M]. 北京:科学出版社, 1987.
- [8] 中国质谱学会有机专业委员会. 香料质谱图集 [M]. 北京:科学出版社, 1992.
- [9] 林启寿. 中草药成分化学 [M]. 北京:科学出版社, 1977.