

箭叶淫羊藿的黄酮类成分分析和质量评价

中国医学科学院 药用植物研究所(北京 100094) 郭宝林* 王春兰 肖培根 陈建民
中国协和医科大学

摘要 用 Rp-HPLC 方法,选择测定了存在于箭叶淫羊藿的 5 种主要黄酮类成分,探讨了地理因素和形态变异因素对箭叶淫羊藿有效成分的影响,并对箭叶淫羊藿的药材质量进行综合评价。

关键词 箭叶淫羊藿 Rp-HPLC 黄酮类成分

箭叶淫羊藿 *Epimedium sagittatum* (Sieb. et Zucc.) Maxim. 是药材淫羊藿的主流品种,分布面广,蕴藏量大,广泛分布于华中、华南、西南、华东的亚热带地区,同时形态上的变异也很大,种下变异有光叶淫羊藿 *E. sagittatum* var. *glabratum* T. S. Ying, 宽序淫羊藿 *E. sagittatum* var. *pyramidale* Stearn 和毡毛淫羊藿 *E. sagittatum* var. *coactum* (H. R. Ling et W. M. Yan) B. L. Guo et Hsiao^[1], 这些变异是否影响成分的变化值得探讨。曾有文献报道了安徽境内不同区县的箭叶淫羊藿的总黄酮含量有较大差异^[2]。我们选择了国内主要产区和所有变种的样品共 8 个,利用 HPLC 分析方法分析其中 5 种主要黄酮类成分:朝藿定 B(epimedin B, I), 朝藿定 C(epimedin C, II), 淫羊藿甙(icariin, III), 箭藿甙 B(sagittatoside B, IV) 和宝藿甙 I(baohuoside I, V), 测定其含量,以便对箭叶淫羊藿的质量进行全面评价。

1 仪器和试剂

1.1 仪器:美国 Waters 公司高效液相色谱仪(包括 510 型泵,490E 型检测器,U6K 型进样器和 810 Baseline 色谱工作站);Cx-250 型超声波清洗器;色谱柱:300×3.9mm(id), DISK-Cphenyl 填料(10 μ m)。

1.2 标准品:5 种黄酮均为作者从该属植物中分离并经四谱鉴定。

1.3 试剂:乙腈为色谱纯,乙醇、甲醇和

36%乙酸为分析纯,双蒸水。

1.4 材料:系作者采集或交换并经分类学鉴定,实验取小叶片进行测定。

2 方法与结果

2.1 仪器参数:紫外检测波长:272nm;灵敏度:0.08auf;流速:1.0ml/min;柱温、室温 10~12 月。

2.2 流动相选择:以 A:乙腈;B:水-36%乙酸(100:4)梯度洗脱。起始时,A:20%,B:80%;10min,A:25%,B:75%;40min,A:48%,B:52%;41min,A:20%,B:80%。

通过多种溶剂系统摸索,并进一步调整,上述流动相可使 5 种标准品得到很好分离,并在样品中和其他未测成分分开,标准品分离情况见图 1,样品谱图见图 2。

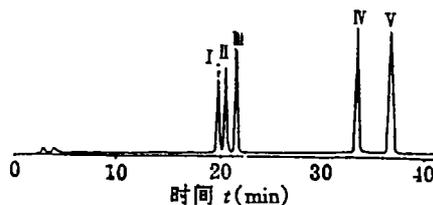


图 1 5 种标准品的 HPLC 图谱

I-朝藿定 B II-朝藿定 C III-淫羊藿甙

IV-箭藿甙 B V-宝藿甙 I

2.3 提取方法:精密称取 0.25g 生药,置 50ml 具塞三角瓶中,定量加入 70%乙醇

* Address: Guo Baolin, Institute of Medicinal Plant, Chinese Academy of Medical Sciences, Chinese Xiehe Medical University, Beijing

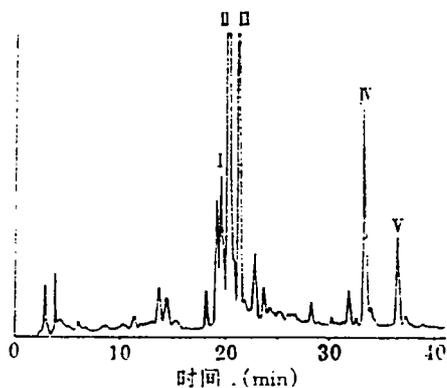


图2 样品的HPLC图谱

25ml, 称重, 超声提取 30min, 称重并补足损失溶剂, 过滤, 弃去初滤液, 定量吸取续滤液 5ml, 在 85℃ 水浴上蒸干, 用甲醇转溶, 定容于 5ml 量瓶中。

2.4 系统适应性试验

2.4.1 进样精密度试验: 按提取方法制备一进样液, 进样 20 μ l, 重复测定 8 次 (n=8), 根据测出成分的峰面积, 5 种黄酮的相对标准偏差 CV(%) 在 0.61%~2.04% 之间。

2.4.2 线性范围考察: 分别精密称取 5 种黄酮各 1.00mg, 分别用甲醇溶解定容于 1ml 量瓶中, 各取 10, 20, 30, 40, 50 μ l 于 1ml 容量瓶中混合定容, 取 20 μ l 混合液进样, 用数据处理机测得进样量在 0.2~1.46 μ g 间各黄酮溶质量 (Y) 与峰面积 (X) 呈良好线性关系,

各线性方程分别是 I: $Y=5.964 \times 10^{-8}X + 8.896 \times 10^{-3}$ ($r=0.9995$); II: $Y=5.662 \times 10^{-8}X - 2.306 \times 10^{-2}$ ($r=0.9995$); III: $Y=3.372 \times 10^{-8}X + 2.203 \times 10^{-1}$ ($r=0.9989$); IV: $Y=4.507 \times 10^{-8}X - 2.481 \times 10^{-2}$ ($r=0.9992$); V: $Y=2.798 \times 10^{-8}X + 8.964 \times 10^{-2}$ ($r=0.9999$)。

2.4.3 提取率考察: 在提取方法上, 比较了超声提取法与热回流 1h 提取法, 证明前者已提取完全。另外, 因未加预柱, 将提取液蒸干再用甲醇转溶可去掉一些杂质以减轻对柱的污染, 也与未蒸干转溶样品比较, 证明该处理对所测成分无影响。

2.4.4 回收率试验: 在生药中定量加入标准品液 (标准品 II 因量不足, 未进行回收率测定), 自然挥干后, 用上述生药提取方法制备进样液, 进样 20 μ l, 4 种标准品的回收率分别是 $\bar{x} \pm s$ (CV) (n=3), I: 102.27% \pm 3.02% (4.02%); III: 96.19% \pm 2.43% (3.25%); IV: 100.45% \pm 3.57% (4.41%); V: 101.34% \pm 1.44% (2.28%)。

样品测定, 将定容后的提取液进样 20 μ l, 测量峰面积, 若所测成分含量超出线性范围, 则将样液稀释 5~10 倍再进样测定。结果见表。

表 不同样品中黄酮类成分的含量

样品	产地	黄酮含量 (%)					总量
		I	II	III	IV	V	
箭叶淫羊藿	福建宁化	<0.05	1.057	<0.05	0.257	0.063	1.376
	浙江临海	0.207	0.807	0.319	<0.05	0.062	1.395
	安徽金寨	0.236	0.068	0.065	0.230	0.074	0.673
	湖南保靖	0.349	0.961	0.502	0.798	0.329	2.939
	湖北	0.777	4.018	1.343	0.714	0.215	7.067
宽序淫羊藿	贵州江口	0.911	3.096	3.489	1.153	0.798	9.447
毡毛淫羊藿	贵州剑河	1.283	4.322	1.692	1.961	1.094	10.359
光叶淫羊藿	湖北恩施	0.396	0.735	0.259	0.823	0.125	2.338

3 讨论

3.1 箭叶淫羊藿中, 淫羊藿甙不是含量最高

的成分, 朝藿定 C 的含量远高于其他成分, 其次是淫羊藿甙, 再其次是箭藿甙 B, 朝藿定

B 和宝藜甙 I 在总的黄酮含量中也不容忽视。5 种黄酮的甙元是相同的,但各成分的药效却不尽相同(本课题研究的内部资料)。因对箭叶淫羊藿的质量控制仅以测定淫羊藿甙的含量或总黄酮的含量显然值得商榷。

3.2 不同产地的箭叶淫羊藿有很大差别,以贵州产的质量最好,华中较差,华东、华南则更差,因此,虽然是同一品种,不同产地来源的药材仍不可一视同仁。

3.3 几个变种与原变种(分布区相近)的差

异不明显,且远小于地理分布的差异,可以说种内形态变异对成分的影响不大。

3.4 虽然不同样品表现出来的总含量不同,但不同成分间的相对比例比较一致,显然是由种的遗传性决定。

参考文献

- 1 郭宝林,等. 中药材,1993,16(7):14
- 2 刘信顺,等. 基层中药杂志,1990,(2):25

(1995-07-14 收稿)

Determination of Flavonoids and Quality Evaluation of Sagittate

Epimedium (Epimedium sagittatum)

Guo Baolin, Wang Chunlan, Xiao Peigen

By means of Rp-HPLC, a quantitative method for the analysis of five major flavonoids in *Epimedium sagittatum* (Sieb. et Zucc.) Maxim. is developed. The variation of active compounds caused by geographical and morphological factors are discussed, and a comprehensive evaluation of drug quality of *E. sagittatum* is given.

江南地不容根水溶性生物碱成分研究

江西省药品检验所(南昌 330046)

章光文*

中国药科大学植化教研室

邓京振 赵守训 杨虹

摘要 继前文,从民间草药江南地不容 *Stephania excentrica* 根中又分离并鉴定了 4 个非季铵水溶性生物碱成分: (-)-N-甲基衡州乌药碱[(-)-N-methylcoclaurine, I], (+)-衡州乌药碱[(+)-coclaurine, II], cephamorphinanine (III) 和 sinococuline (IV)。其中化合物 I 为首次从该属植中分得, III 为首次从该植物中分得。

关键词 江南地不容 (-)-N-甲基衡州乌药碱 cephamorphinanine

江南地不容 *Stephania excentrica* H. S. Lo 系防己科千金藤属植物,是 1978 年建立起来的一个新种^[1]。其根在民间常与粉防己和头花千金藤的块根混用,用于治疗风湿疼痛、肾炎水肿、无名肿毒、毒蛇咬伤等症。前文^[2]报道了由江南地不容根的氯仿萃取物中分得一个新型骨架生物碱。今又从其根的正

丁醇萃取物中得到 4 个非季铵水溶性生物碱成分,经理化性质及波谱分析,分别鉴定为: (-)-N-甲基衡州乌药碱(I)、(+)-衡州乌药碱(II)、cephamorphinanine(III)和 sinococuline(IV)。其中,化合物 I 为首次从该属植物中分得, III 为首次从该植物中得到。本文报道该 4 个化合物的结构鉴定(化合物 I 和 IV 在

* Address: Zhang Guangwen, Jiangxi Provincial Institute for Drug Control, Nanchang