

异型南五味子木脂素的 HPLC 法测定[△]

上海医科大学药学院(200032) 司徒冰** 陈道峰* 郁韵秋

摘要 建立了异型南五味子木脂素的 HPLC 测定法,测定南五味子素(kadsurin)、内南五味子素(interiorin)、异型南五味子丁素(heteroclitin D)和异型南五味子庚素(heteroclitin G)的加样回收率为 93.3%~102.3%,变异系数 1.62%~2.78%。

关键词 异型南五味子 木脂素 高效液相色谱

异型南五味子 *Kadsura heteroclita* (Roxb.) Craib 为中药鸡血藤的主要基原植物之一^[1],其藤茎的乙醇提取物能显著降低小鼠肝组织中四氯化碳诱导产生的脂质过氧化产物含量,明显增强肝细胞中超氧化物歧化酶活性^[2,3]。该植物的主要活性成分是联苯环辛烯类木脂素^[4,5],具有抗氧化和 PAF 拮抗作用^[6,7],已有报道用比色法测定其总木脂素含量^[7]。本文建立高效液相色谱法,测定 4 种主要活性木脂素即南五味子素(kadsurin)、内南五味子素(interiorin)、异型南五味子丁素(heteroclitin D)和异型南五味子庚素(heteroclitin G)的含量,以期完善品质评价手段。

1 材料和仪器

异型南五味子藤茎采自云南省凤庆县(1989年),由作者鉴定。对照品:南五味子素(KAD,1)、内南五味子素(INT,2)、异型南五味子丁素(HETD,3)和异型南五味子庚素(HETG,4)自备^[4],经 HPLC 检查,均为单峰;其它试剂均为分析纯。美国 Waters 600E 高效液相色谱仪, Waters 990 二极管阵列检测器。

2 色谱条件

色谱柱:美国惠普公司 Lichrosorb RP-18 色谱柱(200×3.9mm, 5 μ m),流动相:甲醇-水(70:30),检测波长:254nm,流速:1ml/min。

3 方法与结果

3.1 标准曲线的制备:精称对照品 5mg,用甲醇配成 1mg/ml 的标准贮备液,以其配制标准溶液,使浓度分别为 10、25、50、100、150、200、250、300、350 μ g/ml,取 3 μ l 进样层析,以峰高为纵坐标 Y,进样量为横坐标 X,并加入一组(0,0)作直线回归,结果见表 1。

表 1 直线回归方程

木脂素	回归方程	相关系数 r	线性范围(μ g)
KAD	$Y=0.0373X+5.866\times 10^{-5}$	0.9998	0~1.197
INT	$Y=0.0765X+4.230\times 10^{-4}$	0.9995	0~0.924
HETD	$Y=0.0179X+4.395\times 10^{-5}$	0.9992	0~0.792
HETG	$Y=0.0822X-8.116\times 10^{-4}$	0.9997	0~1.134

3.2 生药分析:精称药材干燥粉末 1g,置三角烧瓶中,精确加入环己烷 50ml,称重,密封。室温放置过夜,补充溶剂至原重量,滤过,初滤液 1ml 弃去,精吸续滤液 2.5ml,60 $^{\circ}$ C 水浴氮气吹干溶剂,准确加入甲醇 0.5ml,旋涡振荡,离心,取上清液 5 μ l 进样。经计算,含量分别为南五味子素 0.013%,内南五味子素 0.013%,异型南五味子丁素 0.032%,异型南五味子庚素 0.037%,变异系数 0.95%~3.00%。

3.3 加样回收率:取药材冷浸液 2.5ml 5 份,分别加入对照品适量,其余操作同生药分析。结果见表 2。

* Address: Chen Daofeng, School of Pharmacy, Shanghai Medical University, Shanghai

[△] 国家自然科学基金资助项目 ** 药学专业 95 届实习生

表 2 加样回收率(n=5)

木脂素	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	RSD(%)
KAD	0.0843	0.0862	102.3±1.66	1.62
INT	0.1473	0.1369	95.3±1.86	1.95
HETD	0.1962	0.1997	101.8±2.83	2.78
HETG	0.0433	0.0406	93.3±2.28	2.44

4 讨论

4.1 分别用正己烷、环己烷、氯仿和甲醇 4 种溶剂提取样品中木脂素类成分和层析,结果显示,4 种溶剂提取效率均较好,因环己烷提取物极性杂质峰较少且试剂较为经济,故选用环己烷作提取溶剂。

4.2 试用不同比例的甲醇-水作流动相进行层析,甲醇-水(70:30)为佳,分离度好,分析时间较短。见图。

4.3 曾采用本文方法测定不同产地、不同采收期异型南五味子藤茎中的木脂素含量,但含量均甚低,难以检测。

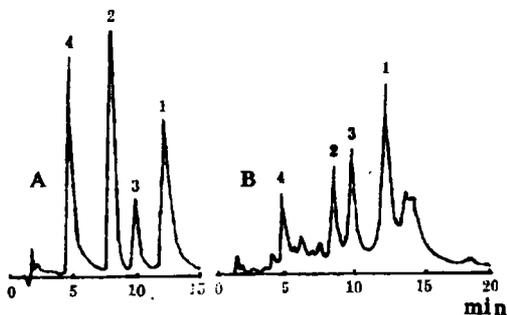


图 异型南五味子木脂素 HPLC 图

A-对照品 B-样品 1-KAD 2-INT
3-HETD 4-HETG

参考文献

- 1 陈道峰,等.中草药,1993,24(1):34
- 2 Yang XW, et al. Chem Pharm Bull, 1992, 40(2): 406
- 3 Yang XW, et al. J Chin Pharm Sci, 1994, 4(2): 147
- 4 Chem D F, et al. Phytochemistry, 1992, 31(2): 629
- 5 Han GQ, et al. J Chin Pharm Sci, 1992, 1(1): 20
- 6 Yang XW, et al. Chem Pharm Bull, 1992, 40(6): 1510
- 7 陈道峰,等.中草药,1994,25(5):238

(1995-12-08 收稿)

Determination of Lignans in the Stems of Curious Kadsure (*Kadsura heterclita*) by HPLC

Situbing, Chen Daofeng, and Yu Yunqiu

Kadsurin, interiorin, heteroclitin D and G, 4 active lignans of *Kadsura heterclita* were determined by HPLC. A C₁₈ column with a UV detector at 254nm was used with an eluant of methanol-water (7:3). The recoveries of the authentic compounds are 93.3%~102.3%. Coefficient of variation=1.62%~2.78%.

大蒜油的研制

新疆医学院药系(乌鲁木齐 830054) 王晓文* 刘红辉**

摘要 以吉木萨尔白皮大蒜为原料提制大蒜油,考察了发酵时间、发酵温度、粉碎方法等因素对出油率的影响,从而提高大蒜出油率,并采用合适提取方法,经过粗提、精制得到大蒜油。出油率由 0.16% 提高到 0.52%。

关键词 大蒜油 出油率

大蒜 *Alium sativum* L. 是百合科葱属的多年生草本植物,粉碎后有浓烈的蒜味。大蒜不仅可作药用,还是食用调味品。在新疆种植

大蒜产量高、资源丰富,但是新疆大蒜在冬季不易保存,为了解决这一困难,我们考虑从大蒜中提取大蒜油,目的是便于携带、保存。

* Address: Wang Xiaowen, Department of Pharmacology, Xinjiang Medical College, Wulumuqi

** 药系 91 级学生