

图 1 柴胡属植物北柴胡(A)和柴胡(B)的 HPLC图谱

性成分的影响,易使环氧醚键开环,转化为柴胡皂苷 b₁、b₂,因而通常采用弱碱性溶剂提取原生柴胡皂苷 a、c、d。本实验通过提取方法比较,选择了 5% 氨水-甲醇溶液为提取溶剂,超声提取 60 min 的提取方法。

3.2 由于柴胡皂苷 a、c、d 的极性差异较大,且不同品种柴胡的化学组分差异很大,用固定流动相进行洗脱时不能使全部样品的柴胡皂苷 a、c、d 得到良好

分离。因而本实验采用梯度洗脱,在上述梯度条件下各样品中的 3 种皂苷成分得到了良好分离。

3.3 以柴胡皂苷 a、c、d 为检测指标进行含量测定结果表明:不同品种的柴胡,其柴胡皂苷含量差异悬殊,以有效成分柴胡皂苷 a、d 含量之和计,23 种柴胡的含量从痕量到 6.62%,其中川滇柴胡、空心柴胡、小柴胡的含量极低,其药用价值值得商榷;而多枝柴胡、韭叶柴胡、汶川柴胡、丽江柴胡、四川柴胡的含量均明显高于 2000 年版《中华人民共和国药典》规定使用的南、北柴胡,堪称为柴胡属植物中的上品,其中多枝柴胡皂苷含量高达 6% 以上,因此可考虑扩大柴胡药用品种的范围,增加这些品种的栽培,以满足市场需求。

参考文献:

[1] 潘胜利,李颖,戴克敏. 云南省柴胡属药用植物的分类及其化学成分的研究 [J]. 上海第一医学院学报, 1984, 11(1): 1-13.
 [2] 潘胜利,大桥裕. 中国柴胡属药用植物の種類と分布——中国药用柴胡の研究(第 1 报) [J]. 药用植物研究, 1996, 19(1): 1-17.

汉中地区虎杖中白藜芦醇苷及苷元含量的测定

周建军,张宏杰,杨培君,李会宁*

(陕西省资源生物重点实验室 陕西理工学院,陕西 汉中 723000)

摘要:目的 测定汉中地区虎杖中白藜芦醇苷及苷元的含量。方法 采用 HPLC 法直接测定,色谱柱为 Eclipse XDB C₈ 柱,流动相为乙腈-水,流速为 1 mL/min,检测波长为 303 nm。结果 虎杖中白藜芦醇苷的含量为 2.5%,白藜芦醇的含量为 0.43%。结论 汉中地区虎杖中白藜芦醇的含量为首次报道,白藜芦醇苷的含量高于文献报道的结果。

关键词:虎杖;汉中地区;白藜芦醇苷;白藜芦醇;HPLC

中图分类号: R286.02 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)05-0414-03

Determination of resveratrol glucoside and resveratrol in radix and rhizome of *Polygonum cuspidatum* yielded in Hanzhong Region

ZHOU Jian-jun, ZHANG Hong-jie, YANG Pei-jun, LI Hui-ning

(Bioresources Key Laboratory of Shanxi Province, Shanxi Science and Engineering College, Hanzhong Shanxi 723000, China)

Abstract Object To determine the content of resveratrol glucoside and resveratrol in radix and rhizome of *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. yielded in Hanzhong Region. **Methods** The HPLC method was used to assay resveratrol glucoside and resveratrol directly, using Eclipse XDB C₈ column and acetonitrile-water as the mobile phase, the UV detection wavelength was 303 nm, with a flow rate of 1 mL/min. **Results** The content of resveratrol glucoside was 2.5% and resveratrol was 0.43% in the radix and rhizome. **Conclusion** The content of resveratrol glucoside is higher than that in the former referenece. The

* 收稿日期: 2001-08-14

基金项目: 陕西省教育厅专项科研基金资助 (01JK094)

作者简介: 周建军 (1953-), 男, 陕西城固县人, 副教授, 硕士, 1987 年获西安医科大学医学硕士学位, 现任陕西省资源生物重点实验室分析测试分室主任, 主要研究方向为秦巴山区生物资源开发利用, 已发表学术论文 20 余篇。 Tel: 0916-2641835(H)

content of resveratrol in the radix and rhizome of *P. cuspidatum* in Hanzhong Region is first reported.

Key words *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc.; Hanzhong Region; resveratrol glucoside; resveratrol; HPLC

虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 又名斑根紫金龙、活血龙、阴阳莲,为蓼科多年生草本植物,主要分布于华东、中南、辽宁、陕西、甘肃、四川、贵州、云南等地^[1]。虎杖的根和根茎具有多方面的药理作用^[1-3]。

虎杖中的主要化学成分有蒽醌类、二苯乙烯类、黄酮类、萜醌、多糖、氨基酸及微量元素等,其中二苯乙烯类包括白藜芦醇苷及白藜芦醇^[1]。王丹等^[4]用甲醇提取,薄层层析、紫外分光光度法和薄层扫描法测定了虎杖中白藜芦醇苷含量约为 1.2% 左右,吴叶等^[5]用 HPLC 法测定虎杖中白藜芦醇苷的含量仅为 0.96%。近几年,我们在白藜芦醇苷提取工艺的研究中发现,汉中地区虎杖中白藜芦醇苷的含量远远高于上述文献报道的结果,并且发现虎杖中不仅有白藜芦醇苷,而且有白藜芦醇存在,但白藜芦醇的含量尚未见报道。因此本实验采用 HPLC 法对汉中地区虎杖中白藜芦醇苷及白藜芦醇的含量进行了测定。

1 仪器与试剂

Series-1100型高效液相色谱仪(美国惠普公司),美国惠普化学工作站、溶剂过滤器(奥特塞恩斯仪器公司),样品过滤器(西安惠恒科技有限公司),电子天平(瑞士梅特利公司)。

白藜芦醇苷(北京迪尔塔金生物工程公司,含量 99%),白藜芦醇(美国 Sigma 公司,含量 99%),甲醇(分析纯),乙腈(色谱醇),重蒸水。

虎杖购自汉中地区药材公司,产地为秦岭南坡

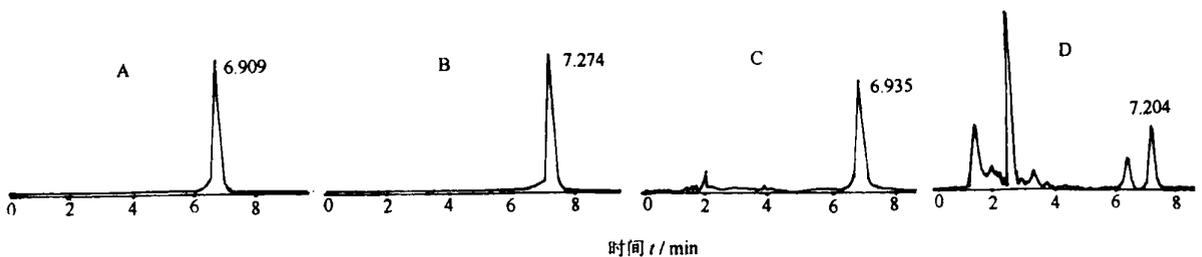
中段陕西汉中地区,经汉中师范学院植物学教研室杨培君副教授鉴定。用植物粉碎机磨成细粉备用。

2 方法

2.1 色谱条件:色谱柱为 Eclipse XDB C₈ (4.6 mm× 150 mm, 5μ m),白藜芦醇苷流动相为乙腈-水(15: 85),白藜芦醇流动相为乙腈-水(25: 75),流速为 1 mL/min,检测波长为 303 nm,进样量为 10μ L。

2.2 标准曲线的绘制:精密称量白藜芦醇苷 6.2 mg,用甲醇溶解,定容至 100 mL,分别取 1.25, 2.50, 5.00, 7.50 mL,用流动相稀释至 25 mL,进样,测定,将峰面积对应的白藜芦醇苷含量建立四级校正曲线,其浓度对峰面积的直线回归方程为: $Y = 0.0315X$, $r = 0.996$,其浓度在 0~ 18.6μ g/mL 范围内线性关系良好。精密称取白藜芦醇 10.1 mg,用甲醇溶解,定容至 25 mL,分别取 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 mL,用流动相稀释至 25 mL,进样,测定,以峰面积对应的白藜芦醇含量建立四级校正曲线,其直线回归方程为: $Y = 0.0155X$, $r = 0.999$,其浓度在 0~ 64.64μ g/mL 范围内线性关系良好。HPLC 色谱图见图 1-A, B。

2.3 供试品的制备:精密称取虎杖粉 0.500 g,用滤纸包裹置于索氏提取器中,加甲醇 100 mL,置 67℃ 恒温水浴中回流提取 8 h,回收溶剂,转入 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,过滤,测定白藜芦醇苷时取 0.5 mL,测定白藜芦醇时取 1.0 mL,用各自的流动相稀释至 25 mL,作为供试品。HPLC 图谱见图 1-C, D。



A 白藜芦醇苷对照品 B 白藜芦醇对照品 C 样品中白藜芦醇苷 D 样品中白藜芦醇

图 1 HPLC 图谱

2.4 精密度试验:分别精密吸取白藜芦醇苷和白藜芦醇对照品溶液 10μ L (3.10μ g/mL, 3.20μ g/mL),各进样 5 次,分别测定。白藜芦醇苷含量的 RSD 为 1.569%,白藜芦醇的 RSD 为 1.558%。

2.5 重现性试验:精密吸取同一批提取液 10μ L,各进样 5 次,分别测定,白藜芦醇苷含量的 RSD 为 0.297%,白藜芦醇的 RSD 为 0.138%。

2.6 稳定性试验:白藜芦醇苷和白藜芦醇溶液避光

保存一周(4℃~ 10℃),重复测定结果无差异

2.7 回收率试验:各取 3份已知白藜芦醇苷和白藜芦醇含量的虎杖提取液,前者每份 0.5 mL,后者每份 1.0 mL,分别加入白藜芦醇苷和白藜芦醇对照 2.0 mL(0.1 mg),用各自的流动相稀释到 25 mL,分别测得白藜芦醇苷的回收率为 96.7%,RSD为 0.28%;白藜芦醇的回收率为 98.4%,RSD为 0.12%。

2.8 样品测定:取虎杖粉 0.500 g,按 2.3项下方法制备,进样测定,结果见表 1

表 1 汉中地区虎杖中白藜芦醇及白藜芦醇苷的含量(n=5)

批号	白藜芦醇(%)	RSD(%)	白藜芦醇苷(%)	RSD(%)
1	0.4267	0.27	2.4903	0.38
2	0.4320	0.67	2.5443	2.14
3	0.4317	0.29	2.5663	2.56

3 讨论

结果表明,用甲醇提取、HPLC法直接测定汉中虎杖中白藜芦醇苷的含量为 2.50%,白藜芦醇的含量为 0.43%。该结果可能与以下几个因素有关:(1)本实验取用 0.500 g 原料,加入 200倍甲醇连续提取 8 h,直接用 HPLC法测定,既保证了提取完全,又减少了许多中间环节可能造成的流失,从而提高了收率。(2)采用 HPLC法测定,在反复试验的基础

上,白藜芦醇苷的流动相选用 1%的乙腈水溶液,白藜芦醇的流动相选用 25%的乙腈水溶液,使苷的出峰时间保持在 6~7 min,白藜芦醇的出峰时间保持在 7~8 min,既可取得较短的保留时间,又不受杂质峰的影响,具有灵敏度高、重复性好的优点。

(3)本实验所用虎杖产自汉中地区(秦岭南坡),文献报道不同地区虎杖中蒽醌类含量差别较大^[1],但不同地区虎杖中白藜芦醇苷含量的差别尚未见报道,是否汉中地区虎杖中白藜芦醇苷的含量高于其它地区,有待进一步作比较研究

王丹等^[4]在薄层上也观察到白藜芦醇的斑点,但没有对白藜芦醇含量进行测定。本实验结果证明,虎杖中不仅有大量的白藜芦醇苷,而且有 0.43%左右的白藜芦醇存在,为虎杖在医药、保健品等方面的开发利用提供了实验依据。

参考文献:

- [1] 郑虎占,董泽宏,余端. 中药现代研究与应用(第三卷)[M]. 北京:学苑出版社,1998.
- [2] 周建军. 虎杖中二苯乙烯类化合物药理作用研究进展[J]. 西北药学杂志,2000,15(2): 86.
- [3] 张博. HPLC法测定紫金胶囊中白藜芦醇的含量[J]. 中草药,2001,32(1): 35.
- [4] 王丹,唐盈. 中药虎杖中白藜芦醇苷含量测定的研究[J]. 中草药,1987,18(11): 16-18.
- [5] 吴叶,程宁,王智华,等. HPLC法测定清胆胶囊中白藜芦醇苷、陈皮苷的含量[J]. 中成药,1999,21(5): 226-228.

延胡索生物碱溶出规律的研究

邹节明,王力生,云强*

(桂林三金药业股份有限公司,广西 桂林 541004)

摘要:目的 考察延胡索药材在醇提、水煮、人工胃液浸出三种情况下炮制与否对总生物碱溶出的影响。方法 紫外分光光度法。结果 醋制品较生品有利于总生物碱的溶出,醇提对总生物碱的溶出明显优于其它两种方法。结论 传统的醋制工艺对延胡索的制剂具有较广泛的合理性,并且在条件允许的条件下,对延胡索尽可能采用醇提工艺。

关键词:延胡索;醋制;总生物碱;紫外分光光度法

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2002)05-0416-02

Studies on dissolubility rule of alkaloids in *Corydalis ambigua*

ZOU Jie-ming, WANG Li-sheng, Yun Qiang

(Guilin Sanjin Pharmaceutical Group Co., Ltd., Guilin Guangxi 541004, China)

Key words *Corydalis ambigua* Cham. et Schlecht.; vinegar treatment; total alkaloids; UV spectrophotometry