表 2 植物杜仲中各部位桃叶珊瑚苷的含量(按干燥品计算)
Table 2 Content of aucubin in different parts
of E. ulmoides (for dried samples)

部位	含量/ %	部位	含量/ %
干皮	0. 43	嫩叶	0.53
干皮(鲜)	0. 27	种仁	2. 98
枝皮	0.38	种子外壳	未检出

置冰箱中冷藏却稳定,推测杜仲仁中可能有酶存在, 在室温下发生了水解及聚合反应。

4.2 杜仲仁中含有大量的脂肪油,影响桃叶珊瑚苷

成分的浸出。因此, 杜仲仁的粒度会影响含量测定, 测定时最好研成细粉。

- 4.3 样品溶液的稳定性: 在样品提取过程中已经发现它的不稳定性, 所以将滤液保存于冰箱中, 在测定前取出放至室温, 用滤膜滤过进样, 1 h 内基本稳定。
- 4.4 从样品测定结果发现, 杜仲仁中桃叶珊瑚苷的含量差异很大, 这是否与其干燥的条件、采收时间等因素有关; 另外, 能否用桃叶珊瑚苷的含量大小来衡量杜仲仁的质量, 有待于进一步研究探讨。

HPLC 法测定五味子茎藤中木脂素的含量

于俊林,秦一,胡彦武,赵宏宇,宿艳霞,高 巍2*

(1. 通化师范学院 药学系, 吉林 通化 134002; 2. 吉林修正药业集团股份有限公司, 吉林 通化 134001)

五味子 Schisandra chinensis(Turcz.)Baill. 主产于东北的东部山区, 其成熟果实称北五味子, 是著名的长白山道地药材, 具有益气生津、补肾养心、收敛固涩的作用。五味子的主要有效成分为木脂素类成分, 以五味子甲素、五味子乙素为代表, 有明显的促进肝糖元生成、降低肝炎患者血清谷丙转氨酶水平、保护肝细胞的作用, 是预防和治疗肝炎的要药。近来还发现五味子中的木脂素成分有抗癌、抗艾滋病和 PAF 拮抗等多种生物活性[1]。

北五味子作为常用的中药主要来源于野生资源,由于森林面积的减少,加之人们对五味子果实的掠夺性采收,致使北五味子的产量逐年减少,为了扩大药源,我们参考《中华人民共和国药典》的方法^[2]对五味子茎藤中的木脂素成分进行了定性检识和含量测定。

1 实验材料

五味子果实: 2001 年 9 月采自吉林省通化市左安, 阴干备用。五味子茎藤: 2002 年 4 月采自吉林省通化市左安, 按生长节区分并分离 1~6 年生长以上枝条, 选 6 年生以上的茎藤分离韧皮部和木质部, 阴干, 粉碎过 3 号筛粉末, 备用。以上材料均经通化师范学院药学系于俊林研究员鉴定。

2 仪器与药品

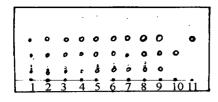
日本岛津 CLASS- VP; 五味子甲素、五味子乙素购于中国药品生物制品检定所; 色谱用甲醇, 天津

四友化学试剂厂, 色谱纯; 硅胶 GF254, 青岛海洋化工厂: 其他试剂为分析纯。

3 方法与结果

- 3.1 对照品液和供试品液的制备: 精密称定五味子甲素、乙素对照品各 5 mg, 分别用甲醇定容至 20 mL, 作五味子甲素和乙素的对照品溶液。精密称定各实验材料约 0.5 g, 分别置于 20 mL 容量瓶中, 加甲醇 18 mL, 超声处理 20 min, 取出, 加甲醇至刻度, 摇匀. 滤过, 作供试品溶液。
- 3.2 薄层色谱: 用定量毛细管分别吸取 2 种对照品溶液和 8 种供液品溶液各 5μ L, 分别点于同一块自制的硅胶 GF254- CM C-Na 薄层板上, 以石油醚 (30 ~60)-甲酸乙酯-甲酸(15 5 1)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外灯(254 nm)下检视, TLC 图谱如图 1 所示。
- 3.3 HPLC 定量分析
- 3.3.1 色谱条件: YWG- C₁₈柱; SPD- 10A VP 紫外检测器, 检测波长 254 nm; 流动相为甲醇-水(13 7); 流速 1.8 mL/min; 室温。
- 3. 3. 2 线性关系考察: 分别准确吸取五味子甲素和乙素对照品溶液各 2, 6, 10, 14, 18 μ L, 进样, 分别以五味子甲素和乙素的量为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 进行线性回归, 得回归方程为: 五味子甲素 $Y=-24\ 232+1\ 351\ 033X$, $r=0.999\ 4$; 五味子乙素 $Y=-28\ 965+1\ 025\ 618X$, $r=0.999\ 6$; 五味子

^{*} 收稿日期: 2003-03-04 作者简介: 于俊林(1962-), 男, 吉林省长春市人, 1982 年毕业于吉林农业大学中药材学院, 现任通化师范学院药学系研究员, 主要从事 药用植物学及资源开发利用的教学与研究工作。Tel: (0435) 3976161 E -mail: yujunlin 1962@ 163. com



1~6-1~6年生茎藤 7-木质部 8-韧皮部 9-果实 10-五味子甲素 11-五味子乙素

1-6-1-6 years stems 7-xylem 8-phloem 9-fuits 10-deoxyschizandrin 11-schisandrin B

图 1 五味子茎藤木脂素 TLC 图谱

Fig. 1 TLC chromatograms of lignans in S. chinensis stems

甲素在 $0.58 \sim 2.91 \mu g$, 五味子乙素在 $0.64 \sim 5.76 \mu g$ 呈线性关系。

3.3.3 精密度试验:精密吸取五味子甲素和五味子

乙素对照品溶液各 $10~\mu$ L, 按同法进样, 重复 $5~\chi$, 五味子甲素峰面积的 RSD 为 1.3%, 五味子乙素峰面积的 RSD 为 1.5%。

3.3.4 稳定性试验: 选 5 年生茎藤样品溶液旋转 2,6,10,14,24 h 进行测定,RSD= 1.2%,样品溶液 具有良好的稳定性。

3. 3. 5 回收率试验: 选已知含量的 5 年生样品加入一定量的对照品, 同法测定, 计算回收率, 五味子甲素为 98. 5%, RSD= 1. 1%, 五味子乙素为 99. 1%, RSD= 1.3% (n=5)。

3. 3. 6 样品测定: 分别吸取 2 种对照品溶液和 8 种样品溶液各 5 μ L, 按上述色谱条件分别进样, 以峰面积计算含量. 结果见表 1。

4 讨论

表 1 样品中五味子甲素和五味子乙素含量

Table 1 Content of deoxyschizandrin and schisandrin B in S. chinensis stems

% %

	一年生	二年生	三年生	四年生	五年生	六年生	木质部	韧皮部	果实
五味子甲素	0. 036	0.082	0.081	0. 110	0. 106	0. 144	0. 023	0. 254	0. 088
五味子乙素	0.069	0. 100	0. 125	0. 204	0. 205	0. 322	0. 045	0. 514	0. 204
甲素/乙素	1/1.92	1/ 1. 22	1/ 1. 54	1/ 1. 85	1/ 1. 93	1/ 2. 24	1/1.96	1/ 2. 02	1/2. 32
甲素+ 乙素	0. 105	0. 182	0. 206	0. 314	0.311	0.466	0.068	0.768	0. 292

4.1 通过薄层图谱得知,各样品的 TLC 图谱和五味子果实的图谱一致,在与五味子甲素和五味子乙素 Rf 值相同的位置上均有颜色相同的斑点,这说明五味子茎藤含有与五味子果实相同的木脂素成分。4.2 通过 HPLC 定量分析结果得知,不同年生的

4. 2 通过 HPLC 定量分析结果得知, 不同年生的 五味子茎藤中五味子甲素和五味子乙素的含量随年龄的增长而递增, 三年生的茎藤中的五味子甲素、五味子乙素的含量及二者之和已与五味子果实中所含的成分接近, 四年生以上的五味子茎藤中的木脂素含量均高于五味子果实。

从不同组织部位木脂素含量测定结果得知,五 味子茎藤中的木脂素成分主要存在于韧皮部,占整 个茎中含量的 90% 以上。

从各样品五味子甲素与五味子乙素的比值来 看, 五味子茎藤中五味子甲素所占的比例要高于五 味子果实, 五味子乙素所占的比值低于五味子果实。 4.3 综述以上结果, 五味子茎藤中含有与五味子果 实相同的木脂素成分, 三年生以上的茎藤完全可以 代替五味子果实作为提取五味子木脂素的原料, 但 若要以五味子茎藤代替五味子果实入药, 还需要做 大量的药效、毒理等研究工作。

4.4 五味子广泛分布于我国东北东部山区、半山区, 无性繁殖能力较强, 营养生长旺盛, 但不易结果, 人工栽培或野生护育时尚需剪枝, 所以说五味子茎藤资源极为丰富, 开发利用五味子茎藤不会对五味子果实资源构成破坏。

References:

- [1] Chen YG, Qin GW, Xie YY. Lignans from plants of Schisandraceae [J]. Chem World (化学世界), 2001(7): 380-383.
- [2] Ch P (中国药典). [S]. 2000 ed. Vol I.

(中草药) 杂志被确认为允许刊载处方药广告的第一批医药专业媒体

据国家药品监督管理局、国家工商行政管理局和新闻出版署发布的通知,《伊草药》杂志作为第 | 批医药专业媒体,允许发布 "粉针剂、大输液类和已经正式发文明确,必须凭医生处方才能销售、购买和使用的品种以及抗生素类的处方药"的广告。

电话: (022) 27474913 23006821 传真: 23006821 联系人: 陈常青