

不同产地何首乌中二苯乙烯苷的测定*

廖海民^{1,2}, 王玲丽¹, 谭玲玲¹, 胡正海^{1*}

(1. 西北大学生命科学学院, 陕西 西安 710069; 2. 贵州大学生命科学学院, 贵州 贵阳 550025)

何首乌为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的干燥块根, 主产于我国河南、四川、贵州、陕西等地, 生于灌木丛中、山脚阴处或石隙中。生首乌具有润肠、通便和解毒等功效, 生首乌经炮制后即成为制首乌, 制首乌具有补肝肾、益精血、乌须发、强筋骨的功能。何首乌的主要有效成分是蒽醌类、鞣蒽衍生物及磷脂类等。鞣蒽衍生物是何首乌的水溶性主要有效成分, 以 2,3,5,4'-四羟基二苯乙烯-2-O- β -D-葡萄糖苷(简称二苯乙烯苷)的量最高。二苯乙烯苷具有抗衰老、降低胆固醇、提高免疫功能、防治动脉硬化及保肝等作用^[1]。何首乌的质量以往多以蒽醌类物质的量高低来评价, 现主要以二苯乙烯苷作为定量指标, 《中国药典》2005年版何首乌项下规定了生首乌中二苯乙烯苷的量不得低于 1.0%, 对于制首乌中二苯乙烯苷尚没有规定量的限度^[2]。

本研究采用 HPLC 法测定了不同产地的生、制何首乌中二苯乙烯苷的量, 为更好地开发利用何首乌植物资源奠定基础。

1 仪器、试剂和材料

1.1 仪器: 日本岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪, SPD-10Avp 检测器, Class-VP 工作站, SENCOR 系列旋转蒸发仪, SHB-Ⅲ 循环水式多用真空泵, DL-180 超声波破碎机。

1.2 试剂: 二苯乙烯苷对照品(中国药品生物制品检定所, 供含量测定用, 批号: 110844-200404)。乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其余所用试剂均为分析纯。

1.3 药材: 生首乌药材采集于当地或购买于当地药房及药材市场, 制首乌药材由各地药房或药材市场购买。均由西北大学胡正海教授鉴定为正品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: VP-ODS 柱(150 mm×4.6 mm); 流动相: 乙腈-水(20:80); 体积流量: 1 mL/min; 检测波长: 320 nm; 进样量: 10 μ L; 柱温: 35 $^{\circ}$ C。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取 3.3 mg 二苯乙烯苷对照品, 置于 10 mL 量瓶中, 加 50%乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 配得质量浓度为 0.33 mg/mL 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 分别称取不同产地的生、制何首乌粉末各 0.2 g, 精密称定, 置 100 mL 锥形瓶中, 精密加入 50%乙醇 25 mL, 称定质量, 加热回流 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 50%乙醇补足减失的质量, 摇匀, 上清液用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过, 即得供试品溶液。按上述色谱条件得色谱图见图 1。

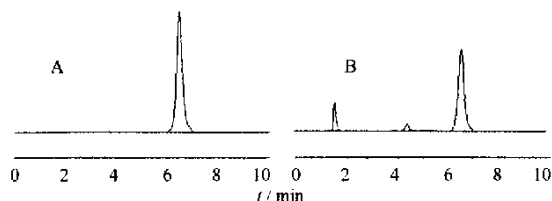


图1 二苯乙烯苷对照品(A)和何首乌样品(B)HPLC图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside reference

substance (A) and *P. multiflorum* sample (B)

2.4 线性关系考察: 精密吸取上述对照品溶液 2、4、6、8、10 μ L, 在上述色谱条件下测定峰面积。以进样量(X)对峰面积(Y)进行线性回归, 得回归方程: $Y = 347\,124 X - 228\,150$, $r = 0.999\,4$, 表明二苯乙烯苷在 0.66~3.3 μ g 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 二苯乙烯苷对照品溶液分别进样 5 次, 每次 10 μ L, 测定峰面积, 其 RSD 为 2.91%。

2.6 稳定性试验: 取同一何首乌样品(陕西产生首乌)供试液, 分别于 1、2、3、4、5、6、7、8 h 精密测定, 其质量分数的 RSD 为 1.75% ($n=8$)。结果表明, 样品在 8 h 内稳定。

2.7 重现性试验: 取同一何首乌样品(陕西产生首乌)5 份, 按照 2.3 项下的方法制成供试溶液, 依法分别测其二苯乙烯苷的量, 峰面积的 RSD 为 0.25%。

2.8 回收率试验: 精密称取已测定量(2.84%)的陕

收稿日期: 2005-07-13

基金项目: 国家自然科学基金(30470105)

作者简介: 廖海民(1965—), 男, 湖南湘乡市人, 副教授, 在读博士。E-mail: lhaimin@163.com

* 通讯作者 胡正海 Tel: (029) 88302684

西产生首乌粉末 0.1 g, 精密加入二苯乙烯苷对照品溶液 (0.33 mg/mL) 8.8 mL。按供试品溶液的制备操作, 测定, 求得平均回收率为 99.3%, RSD 为 1.34% ($n=5$)。

2.9 样品测定: 按上述色谱条件测定各样品中二苯乙烯苷的量, 结果见表 1。

表 1 不同产地何首乌中二苯乙烯苷测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxystilbene-2-O- β -D-glucoside in *P. multiflorum* from different habitats ($n=3$)

生首乌		制首乌	
产地	二苯乙烯苷/%	产地	二苯乙烯苷/%
贵州	5.87	贵州	4.45
陕西	2.84	陕西	4.48
山西	2.28	山西	1.76
四川	4.22	四川	4.52
安徽	6.33	河南	0.59
河南	4.05	山东	1.23
		云南	0.30
		湖南	2.91

3 讨论

3.1 对不同产地生首乌的测定结果表明, 所检测的样品中二苯乙烯苷量均高于《中国药典》2005 年版规定, 因此这些药材的质量是可靠的。但不同产地的何首乌中二苯乙烯苷的量差异较大, 这可能与各产地的气候、土壤等环境条件有关。因此, 有必要对何首乌生长环境与有效成分的关系进行系统研究, 总

结出何首乌的最佳生长条件, 为何首乌的规范化栽培提供科学依据。

3.2 由于生首乌中含有较多结合蒽醌, 具有泻下作用, 所以临床上补肝肾多用炮制品。本研究表明, 不同产地制首乌中的二苯乙烯苷量差异较大, 其中, 陕西安康的制首乌最高为 4.48%, 云南产的制首乌仅为 0.30%。为了稳定制首乌的质量和疗效, 《中国药典》应制定制首乌中二苯乙烯苷的限量标准, 以免造成制首乌的良莠不齐。

3.3 一般认为, 何首乌经炮制后, 二苯乙烯苷的量降低^[3]。比较同一省份的生、制首乌中二苯乙烯苷的量, 发现其变化趋势并无规律, 这是由于药材的具体产地并不相同所致。如来自湖南的样品中, 长沙和湘潭的量分别为 2.91% 和 4.31%; 在产地明确的条件下, 制首乌的二苯乙烯苷量低于生首乌, 如采自贵州关岭的生首乌和该地的制首乌的量分别为 5.87% 和 4.45%。

References:

- [1] Liao H M, Hu Z H. Progress in studies on biology and constituents of *Polygonum multiflorum* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2005, 36 (2): 311-314.
- [2] Ch P (中国药典) [S]. Vol. 1, 2005.
- [3] Wang J K, Gao Y M, Chen H L. Determination of 2,3,5,4'-tetrahydroxy-stilbene-2-O- β -D-glucoside in crude and prepared *Radix Polygoli Multiflori* [J]. *Stud Trace Elements Health* (微量元素与健康研究), 2004, 21 (4): 27-28.

不同产地胡芦巴中薯蓣皂苷元和亚油酸的比较研究

荆 宇, 赵余庆*

(辽宁中医学院, 辽宁 沈阳 110032)

胡芦巴 *Trigonella foenum-graecum* L. 为豆科植物胡芦巴属胡芦巴的种子。始载于《嘉祐本草》, 归肾、肝经。其性温、味苦, 具有温肾壮阳、祛寒除湿等功效。主产于我国河北、安徽、四川、新疆、辽宁等地, 且南北各地均有栽培^[1]。有研究表明胡芦巴中含有丰富的甾体皂苷类成分, 胡芦巴中薯蓣皂苷元 (diosgenin) 和雅莫皂苷元 (yamogenin) 的量在 6~10 mg/g, 而此属其他植物中仅含 1.5~3.2 mg/g。油脂类成分是胡芦巴中一类重要成分, 其种子含油量为 7.5% 左右, 主要含有亚油酸等不饱和脂肪酸

类成分。

本研究首次采用 HPLC 和 GC 法对我国安徽泗县、河北安国、辽宁沈阳、吉林长春 4 个主要产地的胡芦巴种子中薯蓣皂苷元和亚油酸的量进行测定, 结果证明, 采用 HPLC 和 GC 法分析测定胡芦巴药材中薯蓣皂苷元和亚油酸的量, 方法可行, 结果稳定, 为胡芦巴药材的质量评价和控制及资源的综合利用提供了有效的方法和依据。

1 胡芦巴薯蓣皂苷元的测定

1.1 仪器与材料: 日立 L-7000 系列高效液相色谱