

不同生长期薄荷中三萜酸类成分积累的动态变化研究

沈 红¹, 钱大玮¹, 钱士辉¹, 段金康¹, 林 彤², 黄靓雯³

(1. 江苏省中医药研究院 江苏省现代中药制剂工程技术研究中心, 江苏 南京 210028; 2. 广州市药品检验所, 广东 广州 510160; 3. 江苏大学, 江苏 镇江 212013)

薄荷为唇形科植物薄荷 *Mentha haplocalyx* Briq. 的干燥地上部分。主产江苏、安徽、湖南、江西等省, 全国各地都有栽培^[1]。薄荷为常用药材, 主要用于驱风、解热、发汗, 治疗胃肠道和心脑血管疾病等; 也可用作防腐剂、兴奋剂、局部麻醉剂。薄荷更是特种经济作物, 从中提取的薄荷油、薄荷脑等作为香料、调味剂、驱风保健品及医药辅料, 广泛应用于医药、日用化工及食品工业^[2]。薄荷作为特种经济作物, 可以薄荷油量作为质量评价指标; 但作为药材, 用薄荷油量作为质量评价指标有一定局限性, 可增加非挥发性有效成分作为评价指标。本实验以薄荷主要有效成分三萜酸类(齐墩果酸和熊果酸)为评价指标, 测定不同生长期内量的动态变化, 为确定江苏东台地区薄荷药材适宜采收期提供依据。

1 实验仪器、试剂与药材

1.1 仪器: Waters 高效液相色谱仪, Alliance 2695 四元泵及自动进样系统、柱温箱、Empower 色谱工作站; Alltech ELSD 2000 检测器; Millipore Milli-Q 纯水器; Mettler 万分之一及十万分之一电子天平; GA-10B 无油低噪音空气源; KQ-250E 医用超声波清洗器。

1.2 试剂: 齐墩果酸(批号 0709-9803)、熊果酸(批号 110742-200314), 对照品中国药品生物制品检定所; 甲醇为色谱纯, 超纯水, 其余溶剂均为分析纯。

1.3 药材: 薄荷药材采自江苏东台新漕镇, 经江苏省中医药研究院中药资源研究室钱士辉研究员鉴定为唇形科植物薄荷 *M. haplocalyx* Briq.。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Lichrospher C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 柱温 35 ℃, 流动相: 甲醇-0.8%冰醋酸水(83:17), 体积流量 0.8 mL/min; 蒸发光散射检测法检测, 漂移管温度 72 ℃, 空气体积流量 1.9 L/min。色谱分离度大于 1.5, 以齐墩果酸样品峰计算理论塔板数大于 10 000。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取齐墩果酸对照品 2.55 mg 和熊果酸对照品 2.72 mg, 用甲醇定容, 置于 5 mL 量瓶中, 摇匀, 即得(含齐墩果酸 0.510 mg/mL 和熊果酸 0.544 mg/mL)。

2.3 供试品溶液的制备: 精密称取药材粉末 2.5 g, 置 150 mL 具塞锥形瓶中。加入 95%乙醇 100 mL, 密塞, 浸泡 12 h。超声处理 45 min, 放冷, 滤过, 残渣用 95%乙醇洗, 合并滤液, 置蒸发皿中水浴蒸干, 甲醇定容至 10 mL, 用微孔滤膜(0.45 μm)滤过, 取滤液, 即得。

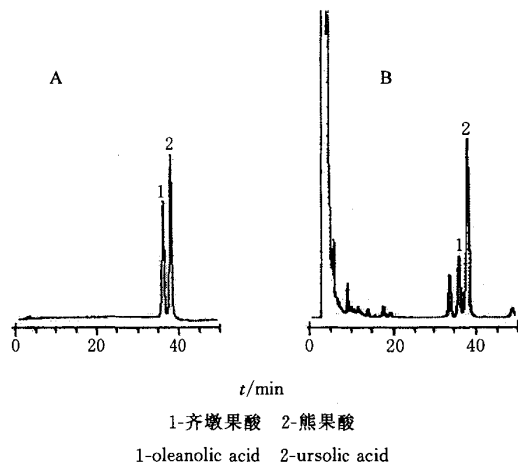


图1 齐墩果酸、熊果酸(A)和样品(B)的 HPLC 色谱图
Fig. 1 HPLC Chromatogram of oleanolic acid and ursolic acid (A) and samples (B)

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察: 精密吸取混合对照品溶液 1、2、4、8、10、20 μL 注入液相色谱仪, 测定其峰面积。以齐墩果酸和熊果酸质量浓度的常用对数值为横坐标, 以峰面积的常用对数值为纵坐标, 绘制标准曲线。齐墩果酸回归方程为 $Y = 1.52X + 2.50$; $r = 0.9998$, 在 0.510~10.200 μg 线性关系良好; 熊果酸回归方程 $Y = 1.55X + 2.55$; $r = 0.9999$, 在 0.544~10.880 μg 线性关系良好。

收稿日期: 2006-08-10

基金项目: 国家科技攻关项目(2001BA701A62-03); 江苏省自然科学基金资助项目(BK2001216)

作者简介: 沈 红(1979-), 女, 江苏昆山人, 硕士研究生, 主要从事中药质量标准研究及新药开发。 Tel: (025)85639640

2.4.2 精密度试验:精密吸取混合对照品溶液 20 μ L,连续进样 6 次,结果齐墩果酸峰面积 RSD 为 1.0%,熊果酸峰面积 RSD 为 1.2%。

2.4.3 重现性试验:取同一批样品,平行处理 5 份,分别进样 20 μ L,结果齐墩果酸质量分数为 0.092 0%,RSD 为 2.1%,熊果酸质量分数为 0.194 3%,RSD 为 1.9%。

2.4.4 稳定性试验:取供试品溶液分别在 0、2、4、6 h 进样 20 μ L,结果齐墩果酸峰面积的 RSD 为 2.5%,熊果酸峰面积 RSD 为 1.7%。

2.4.5 回收率试验:采用加样回收法。取已测定量的样品适量,分别添加齐墩果酸对照品 1.15 mg,熊果酸对照品 2.44 mg,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果齐墩果酸平均回收率 99.3%,RSD 为 2.8%,熊果酸平均回收率 97.2%,RSD 为 1.2%($n=5$)。

2.4.6 样品测定:分别取不同采收期的薄荷样品,精密称定,制备供试品溶液,进样测定,结果见表 1、2。

以上结果表明,一刀薄荷三萜酸类成分量以 7 月下旬较高,二刀薄荷三萜酸类成分量以 10 月上中旬较高。因此,江苏东台地区一刀薄荷药材适宜采收期为 7 月下旬,江苏东台地区二刀薄荷药材适宜采收期为 10 月上中旬。

3 讨论

表 1 头刀薄荷中三萜酸测定($n=3$)

Table 1 Determination of triterpene acid in first harvest of *M. haplocalyx* ($n=3$)

采收日期	齐墩果酸/%	熊果酸/%	三萜酸/%
04-06-10	0.085 8	0.155 0	0.240 8
04-06-20	0.119 7	0.177 8	0.297 5
04-06-28	0.124 6	0.216 3	0.340 9
04-07-06	0.130 6	0.209 2	0.339 8
04-07-15	0.128 5	0.203 5	0.332 0
04-07-22	0.154 3	0.238 4	0.392 7
04-07-31	0.095 3	0.197 0	0.292 3

表 2 二刀薄荷中三萜酸测定($n=3$)

Table 2 Determination of triterpene acid in second harvest of *M. haplocalyx* ($n=3$)

采收日期	齐墩果酸/%	熊果酸/%	三萜酸/%
04-09-22	0.090 4	0.189 9	0.280 2
04-09-29	0.087 2	0.221 7	0.308 9
04-10-06	0.129 4	0.192 6	0.322 0
04-10-14	0.115 8	0.192 9	0.308 7
04-10-21	0.102 1	0.198 2	0.300 3
04-10-27	0.086 3	0.175 3	0.261 6

对江苏东台地区薄荷不同生长期内三萜酸类成分(齐墩果酸、熊果酸)动态变化研究表明,一刀薄荷三萜酸类成分的量以 7 月下旬较高,二刀薄荷三萜酸类成分的量以 10 月上中旬较高,因此,薄荷药材适宜采收期分别为 7 月下旬、10 月上中旬,与以薄荷油量为评价指标确定的适宜采收期基本一致。

测定齐墩果酸和熊果酸的量测定方法主要有薄层扫描法^[3]、高效液相色谱法^[4]和衍生化气相色谱法^[5]等。齐墩果酸和熊果酸属于五环三萜类成分,分子中仅存在 1 个双键,在紫外 204 nm 有末端吸收,采用 HPLC-UV 法进行检测时,受流动相影响较大,基线不够理想,检测的灵敏度较低。本实验采用 HPLC-ELSD 法对齐墩果酸和熊果酸进行测定方法稳定、可行,结果可靠。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [2] Ji Y B. The Pharmacology and Appliance of Active Component in Chinese Traditional Herbs (中草药有效成分药理与应用) [M]. Haerbin: Heilongjiang Science and Technology Publishing Company, 1995.
- [3] Du S H, Rao J H, Geng W S. Determination of oleanolic acid in *Fructus chaenomelis* by TLCS [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(1): 35-37.
- [4] Xie Y, Hang T J, Cheng Z. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *Mentha haplocalyx* Briq. by HPLC [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2001, 26(9): 615-616.
- [5] Yan H L, Zhao L H, Zhu D N. Determination of oleanolic acid and ursolic acid in *Spica Prunellae* by GC after deriving [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1999, 24(12): 744-745.

大叶秦艽不同采收期中龙胆苦苷的分析

李勇慧,曹晓燕,李向民*,王喆之

(陕西师范大学生命科学院 教育部药用植物资源与天然药物化学重点实验室,陕西 西安 710062)

秦艽是我国重要的传统中药,主治寒热邪气、寒

湿风痹、肢节痛、下水、利小便。能疗风、无问久新、通

收稿日期:2006-08-15

基金项目:盾叶薯蓣良种基地建设(2005EA850039)

作者简介:李勇慧,女,在读硕士。 E-mail:yonghui@stu.snnu.edu.cn

* 通讯作者 李向民 E-mail:lixiangmin2002@sohu.com

不同生长期薄荷中三萜酸类成分积累的动态变化研究

作者：[沈红](#), [钱大玮](#), [钱士辉](#), [段金廛](#), [林彤](#), [黄靓雯](#)
作者单位：[沈红, 钱大玮, 钱士辉, 段金廛\(江苏省中医药研究院, 江苏省现代中药制剂工程技术研究中心, 江苏, 南京, 210028\)](#), [林彤\(广州市药品检验所, 广东, 广州, 510160\)](#), [黄靓雯\(江苏大学, 江苏, 镇江, 212013\)](#)
刊名：[中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2007, 38 (6)
被引用次数: 1次

参考文献(5条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [Ji Y B](#) [中草药有效成分药理与应用](#) 1995
3. [Du S H;Rao J H;Geng W S](#) [Determination of oleanolic acid in Fructus chaenomelis by TLCs](#)[期刊论文]-[中草药](#) 2003 (01)
4. [Xie Y;Hang T J;Cheng Z](#) [Determination of oleanolic acid and ursolic acid in Mentha haplocalyx Briq. by HPLC](#)[期刊论文]-[中国中药杂志](#) 2001 (09)
5. [Yan H L;Zhao L H;Zhu D N](#) [Determination of oleanolic acid and ursolic acid in Spica Prunellae by GC after deriving](#) 1999 (12)

本文读者也读过(10条)

1. [段金廛](#), [宿树兰](#), [严辉](#), [钱大玮](#) [药材初加工“杀青”环节的科学性与适宜性分析](#)[会议论文]-2010
2. [严辉](#), [段金廛](#), [钱大玮](#), [宿树兰](#) [客观评价与确定药材适宜采收期的方法与实践](#)[会议论文]-2010
3. [李培锋](#), [赵树臣](#), [杨保收](#), [关红](#) [小花棘豆主要有毒成分对小鼠体内氧自由基的影响](#)[期刊论文]-[中国兽医杂志](#) 2005, 41 (11)
4. [段金廛](#), [宿树兰](#), [吕洁丽](#), [严辉](#), [丁安伟](#) [药材产地加工传统经验与现代科学认识](#)[会议论文]-2009
5. [王莉](#) [“草原”美国薄荷的组织培养及挥发油成份研究](#)[学位论文]2008
6. [严辉](#), [段金廛](#), [钱大玮](#), [宿树兰](#), [宋秉生](#), [何子清](#) [不同产地当归药材及其土壤中无机元素的关联分析与探讨](#)[会议论文]-2010
7. [胡斌](#), [李平立](#), [王小亚](#) [黄芪对实验性脑出血病灶钙和镁及兴奋性氨基酸含量影响的实验研究](#)[期刊论文]-[实用医技杂志](#)2007, 14 (33)
8. [张运华](#) [中药栀子致系统性接触性皮炎1例](#)[期刊论文]-[中国麻风皮肤病杂志](#)2009, 25 (5)
9. [曹琰](#), [严辉](#), [段金廛](#), [钱大玮](#), [宋秉生](#), [郭盛](#), [何子清](#) [不同产地当归药材核苷类成分的分析](#)[会议论文]-2010
10. [张艳](#), [代佳音](#), [张敏](#), [林江](#) [蟾乌表面麻醉剂的药效学初步实验研究](#)[期刊论文]-[中外健康文摘](#)2011, 08 (7)

引证文献(1条)

1. [李祥](#), [邢文峰](#) [薄荷的化学成分及临床应用研究进展](#)[期刊论文]-[中南药学](#) 2011 (5)

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706053.aspx