

RP-HPLC 法测定菝葜中白藜芦醇和四羟基芪

干国平, 江 维, 于 伟, 刘焱文*

(湖北中医学院 中药资源与中药复方省部共建教育部重点实验室, 湖北 武汉 430061)

菝葜为百合科植物菝葜 *Smilax china* L. 的根茎, 具有祛风利湿、解毒散瘀之功效, 中医临床常用来治疗妇科炎症和肿瘤。菝葜中主要含有黄酮类、萜类、皂苷类、鞣质等成分, 其中萜类成分主要为白藜芦醇(I)、3,5,2',4'-四羟基芪(II)及其苷, 为抗肿瘤的有效成分。为了保证菝葜药材的质量, 本课题组对我国13个省区作了现场实地调查, 采集标本和实验样品^[1], 并采用RP-HPLC法对所采集的27个菝葜样品中有效成分I和II的量进行测定, 为其质量控制提供有效的检测方法, 从而为评价不同产地菝葜植物品质提供科学依据。

1 仪器与试剂

仪器: Agilent1100 高效液相色谱仪(美国安捷伦); AS10200A 超声处理器(天津奥特赛恩斯仪器有限公司)。

对照品: I 由中国药品生物制品检定所提供, II 由湖北中医学院中药资源与中药化学省级重点实验室提供, 质量分数 99.1%; 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

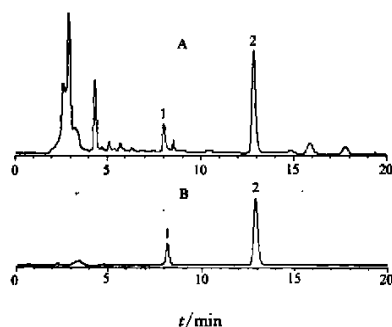
材料: 27 个不同产地菝葜及其近缘种药材, 均由湖北中医学院中药资源与中药化学省级重点实验室采集, 湖北中医学院鉴定教研室鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验: 色谱柱 Kromasil C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-水(20:80), 检测波长 303 nm, 体积流量 1.0 mL/min, 温度: 25℃, 进样量 10 μL。理论板数按 I 峰计算不低于 2 000。色谱图见图 1。

2.2 供试品溶液的制备: 取菝葜药材细粉约 0.5 g, 精密称定, 置于 50 mL 量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理(250 W, 20 kHz) 30 min, 放冷, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 25 mL, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并定容至 5 mL 量瓶中, 摇匀, 即得。

2.3 对照品溶液制备: 分别取对照品 I、II 各适量, 精密称定, 加甲醇制成 I、II 分别为 12、10 μg/mL



1-3,5,2',4'-四羟基芪 2-白藜芦醇

1-3,5,2',4'-tetrahydroxystilbene 2-resveratrol

图1 样品(A)和对照品(B)的HPLC图谱

Fig.1 HPLC Chromatogram of sample (A) and reference substances (B)

的混合溶液, 即得。

2.4 线性关系考察: 取对照品混合溶液(I 34.2 μg/mL、II 30.4 μg/mL) 0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 mL, 加甲醇稀释至 10 mL, 分别进样测定。以峰面积值(A)为纵坐标, 以对照品的质量浓度(C)为横坐标, 绘制标准曲线, 计算, I 的线性回归方程: $A = 444.706 C - 0.021$, $r = 0.9998$, $n = 6$; II 的线性回归方程: $A = 189.49 C - 0.175$, $r = 0.9997$, $n = 6$ 。结果表明, I 在 1.71 ~ 27.26 μg/mL, II 在 1.52 ~ 24.32 μg/mL, 峰面积与各自的质量浓度具有良好的线性关系。

2.5 精密度的试验: 取同一质量浓度的供试品溶液, 重复进样 6 次, 每次 10 μL, 测定峰面积值, 结果 I 峰面积 RSD=0.81%; II 峰面积 RSD=0.93%。表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 于 0、1、2、4、6 h 进样测定, 结果 I 的峰面积 RSD=1.06%; II 的峰面积 RSD=1.18%。表明供试品溶液在 6 h 内基本稳定。

2.7 重现性试验: 取同一批药材 6 份, 照供试品溶液制备方法处理, 测定。结果: I 与 II 总量的平均值为 1.18 mg/g, RSD 为 1.27%, 表明方法重现性良好。

收稿日期: 2007-02-02

作者简介: 干国平(1965—)男, 副教授, 研究方向为中药质量控制研究。Tel: (027)61287995 E-mail: ganguop@sina.com

* 通讯作者 刘焱文 Tel: (027)88920834

2.8 回收率试验:取已测定量的药材细粉,分别取6份,每份约0.25 g,精密称定,置于50 mL量瓶中,各精密加入混合对照品溶液20 mL(含I 12.2 $\mu\text{g/mL}$ 、II 3.3 $\mu\text{g/mL}$)及甲醇适量,按供试品溶液制备方法处理,测定。结果I的平均加样回收率为99.4%,RSD=1.42%;II的平均加样回收率为98.2%,RSD=2.11%。表明试验方法准确。

2.9 样品测定:取27个不同产地菝葜及其近缘种药材,按供试品溶液制备方法处理,测定,按外标法以峰面积计算。样品来源及测定结果见表1。

表1 27个样品的来源及测定结果(n=3)

Table 1 Origin and determination of 27 samples (n=3)

品种	来源	产地	I/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	II/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	总量/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
菝葜	<i>Smilax china</i>	重庆涪陵	0.94	0.26	1.20
		四川宜宾	0.20	0.98	1.16
		湖南平江	0.08	0.28	0.36
		湖南韶山	0.08	0.18	0.26
		湖南靖州	1.48	0.26	1.74
		江西月亮山	0.06	0.20	0.26
		江西杨家垄	0.16	0.34	0.50
		广西宾阳	1.14	0.66	1.80
		广西武鸣山	0.42	0.30	0.72
		浙江温州	0.20	0.24	0.44
		温州永嘉县	0.18	0.32	0.50
		安徽天柱山	0.10	0.70	0.80
		安徽坎天山	0.22	0.26	0.48
		安徽潜山	0.26	0.36	0.62
		广东韶关	0.14	0.22	0.36
		湖北麻城	0.48	1.68	2.16
		湖北大冶	0.04	0.20	0.24
		湖北通城	0.08	0.14	0.22
小叶菝葜	<i>S. microphylla</i>	湖北秭归	1.24	0.20	1.44
小果菝葜	<i>S. davidiana</i>	江西吉安	0.14	0.12	0.26
长托菝葜	<i>S. ferax</i>	江西吉安	0.24	0.10	0.34
束丝菝葜	<i>S. hemleyana</i>	贵州毕节	0.08	0.30	0.38
尖叶菝葜	<i>S. arisanensis</i>	湖北宜昌	0.08	0.48	0.56
肖菝葜	<i>Heterosmilax japonica</i>	广东徐闻	0.44	0.94	1.38
短柱肖菝葜	<i>H. yunnanensis</i>	广东遂溪	0.28	0.10	0.38
华肖菝葜	<i>H. chinensis</i>	广西武鸣	0.32	2.42	2.74

3 讨论

3.1 《中国药典》2005年版一部菝葜项下收载了薯蓣皂苷元的定量测定。文献报道,I具有抗氧化和抗肿瘤作用^[2],本课题组最近的研究表明,II亦具有显著的抗肿瘤作用。因此,对不同产地的菝葜中有效成分I和II进行测定研究,为综合评价不同产地菝葜资源品质提供了科学依据。

3.2 本研究表明:同一品种不同产地的菝葜中I和II的总量存在显著差异。菝葜在我国分布较广,多生长在海拔1000 m以下的林地。对测定结果与样品的分布特征及生态环境^[1,3]作相关性分析发现,菝葜中有效成分I和II的量与采集地的海拔高度有一定关系,产于海拔较高的菝葜I和II的总量较高,如采集于海拔在500~1000 m的湖北麻城、广西宾阳、湖南靖州、重庆涪陵、四川宜宾、安徽天柱山样品中量较高;不同品种菝葜中有效成分的总量亦有差别;总量在0.26%~2.74%,其中,产于广西武鸣的华肖菝葜、广东徐闻的肖菝葜及湖北秭归的小叶菝葜中量较高。

3.3 根据药农的经验,生长5年以上的菝葜才合药用。菝葜中萜类成分的量是否受生态环境和生长年限的影响,尚在进一步研究之中。

References:

- [1] Xu S Z, Gan G P, Wu H Z, et al. Investigation of the resources of *Smilax* medicinal plants [J]. *Res Pract Chin Med* (现代中药研究与实践), 2006, 20(1): 26.
- [2] Zhong F, Luo S J, Tang S M. Progress in study on mechanism of resveratrol inhibiting cell proliferation [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(5): S-ii.
- [3] Xu S Z, Wang G Z, Gan G P, et al. The study on the correlation between the habitat and the quality of the *Smilax china* [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2005, 28(12): 1055.

HPLC 测定生地黄中地黄苷 A 和 D

王慧森, 刘明, 李更生*

(河南省中医药研究院 中药研究所, 河南 郑州 450004)

地黄为玄参科植物地黄 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的新鲜或干燥块根,前者习称“鲜地黄”,后者习称“生地黄”。生地黄具有清热凉血,养阴,生津的功效。用于热病舌绛烦渴,阴虚内热,骨蒸劳热,

内热消渴,吐血,衄血,发斑发疹^[1]。地黄中主要活性成分为环烯醚萜苷类,此类成分结构近似,极性普遍较大易溶于水,热稳定性较差^[2]。研究发现地黄从鲜品加工成生地黄及熟地黄,梓醇的量降低至原来的

收稿日期:2007-02-15

基金项目:国家中医药局青年基金项目(95Y3411/95C018);河南省自然科学基金项目(0511043800)

作者简介:王慧森(1968—),女,河南南阳人,助研,硕士,主要从事天然药物化学成分的研究和中药新药的研发。

E-mail: whs_zz@yahoo.com.cn

*通讯作者 李更生 Tel: (0371) 66336574 E-mail: lgshn@sohu.com

RP-HPLC法测定菝葜中白藜芦醇和四羟基芪

作者: [干国平](#), [江维](#), [于伟](#), [刘焱文](#)
作者单位: [湖北中医学院, 中药资源与中药复方省部共建教育部重点实验室, 湖北, 武汉, 430061](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2007, 38(11)

参考文献(3条)

1. [Xu S Z;Gan G P;Wu H Z](#) [Investigation of the resources of Smilax medicinal plants](#) 2006(01)
2. [Zhong F;Luo S J;Tang S M](#) [Progress in study on mechanism of resveratrol inhibitating cell proliferation](#)[期刊论文]-[中草药](#) 2003(05)
3. [Xu S Z;Wang G Z;Gan G P](#) [The study on the correlation between the habitat and the quality of the Smilax china](#) 2005(12)

本文读者也读过(10条)

1. [陈树和](#). [尹玲](#). [冯芸](#). [吴娜](#). [刘焱文](#) [HPLC法测定菝葜提取物中槲皮素的含量](#)[会议论文]-2009
2. [王光忠](#). [李秋怡](#). [徐淑珍](#). [干国平](#). [刘焱文](#) [高效液相色谱法测定菝葜中白藜芦醇的含量](#)[期刊论文]-[湖北中医学院学报](#)2006, 8(2)
3. [王光忠](#). [李秋怡](#). [干国平](#). [刘焱文](#). [WANG Guang-zhong](#). [LI Qiu-yi](#). [GAN Guo-ping](#). [LIU Yan-wen](#) [17种国产菝葜属植物中白藜芦醇含量比较](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2007, 18(7)
4. [冯锋](#). [柳文媛](#). [陈优生](#). [刘静涵](#). [赵守训](#) [菝葜中黄酮和芪类成分的研究](#)[期刊论文]-[中国药科大学学报](#)2003, 34(2)
5. [干国平](#). [孙进](#). [赵君](#). [方念伯](#). [刘焱文](#). [Gan Guoping](#). [Sun Jin](#). [Zhao Jun](#). [Fang Nianbo](#). [Liu Yanwen](#) [菝葜中总鞣质的含量测定](#)[期刊论文]-[中国药师](#)2008, 11(11)
6. [黄慧莲](#). [果德安](#). [李萍](#). [HUANG Hui-lian](#). [GUO De-an](#). [LI Ping](#) [反相高效液相色谱法测定中药菝葜中芪类成分的含量](#)[期刊论文]-[中国新药杂志](#)2008, 17(24)
7. [段静雨](#) [正交设计法优选菝葜乙醇提取工艺](#)[期刊论文]-[亚太传统医药](#)2010, 6(4)
8. [阎磊](#). [徐淑珍](#). [李秋怡](#). [何再安](#). [刘焱文](#) [20种菝葜近缘种的薯蓣皂苷元含量测定](#)[期刊论文]-[中药材](#)2006, 29(11)
9. [周艳林](#). [钟小清](#). [孔祥春](#). [云强](#). [邹节明](#). [ZHOU Yan-lin](#). [ZHONG Xiao-qing](#). [KONG Xiang-chun](#). [YUN Qiang](#). [ZOU Jie-ming](#) [不同干燥方式对菝葜中薯蓣皂苷元含量的影响](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2008, 19(12)
10. [干国平](#). [江维](#). [金惠](#). [孙进](#). [刘焱文](#). [Gan Guoping](#). [Jiang Wei](#). [Jin Hui](#). [Sun Jin](#). [Liu Yanwen](#) [菝葜总皂苷的含量测定](#)[期刊论文]-[中国药师](#)2008, 11(6)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200711046.aspx