

野生与人工栽培岩黄连药材的比较

黄 玮, 陆兔林*, 王巧晗, 毛春芹

(南京中医药大学, 江苏 南京 210046)

摘 要:目的 研究野生与人工栽培岩黄连中总生物碱及脱氢卡维丁量的差异。方法 采用紫外分光光度法对药材中总生物碱进行定量测定, 用高效液相色谱法测定岩黄连药材中脱氢卡维丁的量, 并对测定方法进行了系统的方法学考察。结果 人工栽培的岩黄连药材中总生物碱的量达到3.20%以上, 脱氢卡维丁的量在0.80%以上。野生的岩黄连药材中总生物碱的量在0.75%左右, 脱氢卡维丁的量均在0.20%左右。结论 野生岩黄连药材中总生物碱及脱氢卡维丁的量比人工栽培的要低。

关键词:岩黄连; 生物碱; 脱氢卡维丁

中图分类号:R282.21

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)05-0770-03

岩黄连系罂粟科紫堇属植物石生黄堇*Corydalis saxicola* Bunting的全草及肥大的根茎部。因其功效近似黄连且生长于石缝中或岩石旁而得名, 又叫岩连(四川、云南), 菊花黄连、鸡爪连、土黄连(广西), 岩胡(贵州)^[1]。岩黄连味苦, 性凉, 功能清热利湿、散瘀消肿, 临床上可用于治疗急性黄疸型肝炎、肝硬化、肝癌、疮疖肿毒、急性肠胃炎等。

岩黄连全草主要含有脱氢斯氏紫堇碱(tetra-dehydroscoulerine)、脱氢阿吡卡维丁(dehydroapocavidine)、脱氢异阿吡卡维丁(dehydroisoapocavidine)、黄连碱(coptisine)、脱氢卡维丁(dehydrocavidine)等生物碱类化合物^[2], 其中以脱氢卡维丁量最高。本实验通过比较野生与人工栽培岩黄连药材中总生物碱和脱氢卡维丁的量, 来反映岩黄连内在质量, 为岩黄连质量控制提供依据。

1 仪器与试剂

752型紫外-可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司); Agilent1100高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); FA1104型电子分析天平(上海精密科学仪器有限公司)。

脱氢卡维丁对照品(批号111667-200401)由中国药品生物制品检定所提供, 供定量测定用。乙腈为色谱纯; 水为重蒸水(自制); 其他试剂均为分析纯。人工栽培岩黄连药材购自广西东兰县农业局(批号20070302、20070305、20070309)。野生岩黄连于广西采摘。经本校鉴定教研室鉴定为罂粟科植物石生黄堇*Corydalis saxicola* Bunting的全草。

2 方法与结果

2.1 紫外可见分光光度法测定岩黄连总生物碱的量

2.1.1 对照品溶液的制备: 精密称取脱氢卡维丁对照品适量, 用1%盐酸甲醇溶液配成970 μg/mL的对照品贮备液。

2.1.2 供试品溶液的制备^[3]: 精密称取过20目筛的岩黄连药材粉末0.2 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入25 mL 1%盐酸甲醇溶液, 称定质量, 超声1 h, 冷却后补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.1.3 测定波长的选择: 以1%盐酸甲醇溶液为对照, 将对照品溶液、供试品溶液和空白对照液在200~800 nm波长内进行扫描。结果显示对照品溶液和供试品溶液在347 nm处均有最大吸收, 适合定量测定, 故选择347 nm作为定量测定的波长。

2.1.4 标准曲线的绘制: 精密量取对照品贮备液(970 μg/mL), 以1%盐酸甲醇溶液为溶剂, 分别配制成为3.88、4.85、5.82、6.79、7.76、9.7 μg/mL的溶液, 以1%盐酸甲醇溶液为空白, 在347 nm波长处测定吸光度(A), 以A为纵坐标, 对照品质量浓度(C)为横坐标, 绘制标准曲线。回归方程: $A = 0.0724C + 0.0069$, $r = 0.9999$ ($n = 6$), 结果表明岩黄连总碱在3.88~9.7 μg/mL呈良好的线性关系。

2.1.5 精密度试验: 取9.7 μg/mL对照品溶液于347 nm处测定A值, 重复测定6次, 结果RSD为0.85% ($n = 6$)。

2.1.6 稳定性试验: 取同一供试品溶液依次于0、1、2、3、4 h测定A值, 结果表明供试品溶液在4 h内稳定, RSD为0.53% ($n = 5$)。

收稿日期: 2007-09-10

作者简介: 黄 玮(1984—), 女, 江苏常州人, 南京中医药大学2006级硕士研究生, 主要研究方向为中药质量控制及新药开发研制。

E-mail: huangwei312@126.com

* 通讯作者 陆兔林 Tel: (025)85811513 E-mail: lutuling2005@126.com

2.1.7 重现性试验:精密称取同一批岩黄连药材粉末(批号 20070309)0.2 g,共 6 份,按“供试品溶液的制备”项下制备供试品溶液,测定 A 值,计算岩黄连总碱的平均质量分数为 3.0%,RSD 为 1.6%($n=6$)。

2.1.8 回收率试验:精密称取已知总碱量的药材(批号 20070309)0.1 g,共 9 份,置 25 mL 量瓶中,分别加入对照品贮备液(970 $\mu\text{g/mL}$)2.5、3.0、3.5 mL,各 3 份,按“供试品溶液制备”项下制备样品,测定 A 值。结果平均回收率为 98.8%,RSD 为 1.1%($n=9$)。

2.2 HPLC 法测定岩黄连中脱氢卡维丁的量

2.2.1 色谱条件^[4]:色谱柱为 Kromasil C_{18} 柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈-0.01 mol/L 磷酸二氢钾($\text{pH}=5$)(25:75);波长:347 nm;进样量:10 μL ;柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;体积流量:1 mL/min;理论板数按脱氢卡维丁计算应不低于 3 000。

2.2.2 对照品溶液的制备:精密称取脱氢卡维丁对照品适量,用 1% 盐酸甲醇溶液配成 970 $\mu\text{g/mL}$ 的对照品贮备液。

2.2.3 供试品溶液的制备:将岩黄连药材粉碎,过 20 目筛,精密称取 0.2 g 药材粉末,置 50 mL 量瓶中,加 1% 盐酸甲醇溶液约 40 mL,超声 40 min,冷却后定容,摇匀,取过微孔滤膜(0.45 μm)的续滤液作为供试品溶液。

2.2.4 标准曲线的绘制:精密量取对照品溶液(970 $\mu\text{g/mL}$),用 1% 盐酸甲醇溶液为溶剂,分别配制成为 19.4、38.8、77.6、97.0、116.4 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液,分别吸取上述对照品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪,进行分析测定。以峰面积为纵坐标,对照品质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标做标准曲线,求得回归方程 $Y=45\,414\,X-52.178$, $r=0.999\,6$ ($n=5$),表明脱氢卡维丁在 0.194~1.164 μg 呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验:精密吸取 97.0 $\mu\text{g/mL}$ 对照品溶液,按上述色谱条件,连续进样 6 次,每次 10 μL ,测定脱氢卡维丁的峰面积,计算其峰面积的 RSD 为 0.25%($n=6$)。

2.2.6 稳定性试验:取同一供试品溶液分别在 0、1、2、4、8、12 h 进样测定,计算得脱氢卡维丁峰面积的 RSD 为 0.30%,结果表明供试品溶液在 12 h 内稳定性好($n=6$)。

2.2.7 重现性试验:精密称取同一批岩黄连药材粉末(批号 20070309)6 份,按“供试品溶液的制备”项下制备供试品溶液,并按上述色谱条件测定,测得脱氢卡维丁平均质量分数为 0.83%,RSD 为 1.23%($n=6$)。

2.2.8 加样回收率试验:精密称取岩黄连药材粉末(批号 20070309)0.1 g,共 9 份,置 50 mL 量瓶中,分别加入脱氢卡维丁 0.582、0.776、0.970 mg,按“供试品溶液的制备”项下制备样品,测定质量分数,结果平均回收率为 98.80%,RSD 为 1.35%($n=9$)。

2.3 样品测定

2.3.1 岩黄连药材总生物碱测定:分别取 3 个批号人工栽培和野生岩黄连药材各 0.2 g,按 2.1.2 项下制成供试品溶液,测定 A 值,计算岩黄连总生物碱的质量分数,结果见表 1。

2.3.2 岩黄连药材脱氢卡维丁测定:分别取 3 个批号人工栽培和野生岩黄连药材各 0.2 g,按 2.2.3 项下制成供试品溶液,精密吸取 10 μL 注入色谱仪,记录色谱图。计算脱氢卡维丁的质量分数,结果见表 1。色谱图见图 1。

表 1 岩黄连总生物碱和脱氢卡维丁测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of total alkaloids and dehydrocavidine in *C. saxicola* ($n=3$)

样 品	总生物碱/%	脱氢卡维丁/%
20070302(东兰)	3.27	0.83
20070305(东兰)	3.45	0.90
20070309(东兰)	3.20	0.80
野生 1	0.80	0.25
野生 2	0.75	0.24
野生 3	0.72	0.20

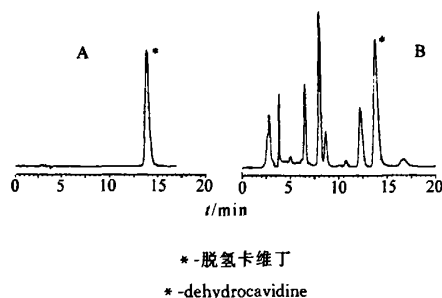


图 1 脱氢卡维丁对照品(A)和岩黄连(B)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of dehydrocavidine reference substance (A) and *C. saxicola* (B)

3 讨论

试验结果表明,野生与人工栽培岩黄连药材中总生物碱及脱氢卡维丁的量存在明显差异,野生的量低,人工栽培的量高。可见,不同的生长环境对岩黄连药材中总生物碱及脱氢卡维丁的量影响很大,导致这种差异的原因可能与植物的生长环境、温度、湿度等多种因素有关。提示应选择最适宜生长条件的地域建立岩黄连药材 GAP 的生长基地,控制药材质量的稳定性,生产出高质量的中药材,实现中药材资源的可持续利用。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典(下册) [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2001.
- [2] 柯珉珉, 张宪德, 吴练中, 等. 岩黄连有效成分的研究 [J]. 植物学报, 1982, 24(3): 289.
- [3] 黄小平, 张毅, 钟国跃. 不同产地和生长年限黄连的总生物碱含量测定 [J]. 现代中药研究与实践, 2004, 18(1): 42-43.
- [4] 李慧梁. 岩黄连活性成分系统研究及藜芦毒性成分研究 [D]. 上海: 第二军医大学, 2006: 110-114.

不同产地龙葵药材中澳洲茄碱量的分析研究

袁海建^{1,2}, 贾晓斌^{1*}, 陈彦^{1*}, 刘中秋³, 邵振中¹

(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. 江苏大学药学院, 江苏 镇江 212013; 3. 南方医科大学药学院, 广东 广州 510515)

摘要:目的 测定龙葵中澳洲茄碱的量以评价不同产地龙葵药材质量。方法 采用Agilent Zorbax SB C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm), 以乙腈-1%磷酸溶液为流动相梯度洗脱, 体积流量1.0 mL/min, 柱温30 ℃, 检测波长205 nm。结果 6个不同地区龙葵茎叶中澳洲茄碱的平均量在0.544 5~1.504 9 mg/g; 果实中澳洲茄碱的平均量在0.855 5~3.440 8 mg/g。连云港灌南地区龙葵茎叶和果实中澳洲茄碱的量最高, 分别为1.504 9、3.440 8 mg/g; 南京栖霞地区茎叶中量最低, 为0.544 5 mg/g, 南京江宁地区果实中量最低, 为0.855 5 mg/g。结论 同一时期、不同产地龙葵药材茎叶和果实中澳洲茄碱量差异较大。

关键词:龙葵; 澳洲茄碱; 反相高效液相色谱法

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)05-0772-03

龙葵 *Solanum nigrum* L. 是茄科植物龙葵的干燥地上部分, 民间常用于抗炎、抗病毒。近来研究表明, 龙葵具有很好的抗肿瘤活性, 其中的药理活性物质是甾体生物碱类成分^[1], 主要包括澳洲茄碱(solasonine)、澳洲茄边碱(solamargine)等, 苷元为澳洲茄胺。研究表明澳洲茄碱在体外抗肿瘤实验中表现出很好的抗肿瘤活性^[2]。

目前文献报道除了梁生旺等^[3]用薄层扫描法对龙葵中澳洲茄胺做定量分析外, 尚未见使用反相高效液相色谱法对龙葵中甾体生物碱类成分进行定量分析的研究报道。本研究建立了龙葵药材中澳洲茄碱的反相高效液相色谱的分析方法, 测定了不同产地龙葵药材中澳洲茄碱的量, 以期为龙葵药材的质量控制提供科学依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器: Agilent 1200 高效液相色谱仪(美国Agilent公司)包括柱温箱、在线脱气机、四元泵、二极管阵列检测器及Chem Station 色谱工作站; Buchi 旋转蒸发仪。

1.2 试药: 澳洲茄碱对照品(郑州牧业工业高等专科学校化学教研室提供, 经高分辨质谱鉴定并用HPLC

法检测质量分数>98%); 龙葵药材分别采自南京江宁、南京栖霞、泰州泰兴、连云港灌南、徐州新沂、镇江丹徒(采收时间在2007年10月16~20日), 经南京中医药大学吴德康教授鉴定为茄科茄属龙葵 *Solanum nigrum* L. 干燥地上部分, 乙腈、磷酸(TEDIA公司, 色谱纯); 纯净水; 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Agilent Zorbax SB C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈(A)-1%磷酸溶液(B), 梯度洗脱条件为: 0~5 min, A: 22%, B: 78%; 5~20 min, A: 22%~25%, B: 78%~75%; 20~25 min, A: 25%, B: 75%; 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μL; 检测波长: 205 nm。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取澳洲茄碱对照品10.75 mg, 置10 mL量瓶中, 用10%醋酸溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成1.075 mg/mL对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备: 取连云港灌南产龙葵药材粉末1.0 g(40目), 精密称定, 加入5%醋酸-甲醇溶液50 mL, 称定质量, 超声提取30 min, 再称定质量, 用提取液补足质量, 摇匀, 滤过, 滤液置50 mL量瓶中, 用提取液定容至刻度。从中精密量取25 mL溶液减

收稿日期: 2007-09-10

基金项目: 江苏省中医药领军人才基金项目(2006); 江苏省中医药局项目(H05021)

作者简介: 袁海建(1981—), 男, 在读硕士生, 研究方向为中药新剂型与新技术。E-mail: yuanjian8101@163.com

* 通讯作者 贾晓斌 陈彦 Tel/Fax: (025)85637809

野生与人工栽培岩黄连药材的比较

作者：[黄玮](#)，[陆兔林](#)，[王巧晗](#)，[毛春芹](#)
作者单位：[南京中医药大学, 江苏, 南京210046](#)
刊名：[中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39 (5)
被引用次数：2次

参考文献(4条)

1. [江苏新医学院](#) [中药大辞典](#) 2001
2. [柯珉珉](#); [张宪德](#); [吴练中](#) [岩黄连有效成分的研究](#) 1982 (03)
3. [黄小平](#); [张毅](#); [钟国跃](#) [不同产地和生长年限黄连的总生物碱含量测定](#) [期刊论文]-[现代中药研究与实践](#) 2004 (01)
4. [李慧梁](#) [岩黄连活性成分系统研究及藜芦毒性成分研究](#) [学位论文] 2006

本文读者也读过(4条)

1. [韩加怡](#). [李会林](#). [HAN Jia-yi](#). [LI Hui-lin](#) [RP-HPLC测定复方麻黄碱滴鼻液中盐酸麻黄碱、盐酸林可霉素和地塞米松磷酸钠含量的方法学研究](#) [期刊论文]-[中国现代应用药学](#) 2008, 25 (2)
2. [李晓晶](#). [姜琳琳](#). [吴智南](#). [赵陆华](#). [LI Xiao-jing](#). [JIANG Lin-lin](#). [WU Zhi-nan](#). [ZHAO Lu-hua](#) [土贝母的HPLC指纹图谱研究](#) [期刊论文]-[中草药](#) 2007, 38 (6)
3. [吴昭晖](#). [罗佳波](#). [游文玮](#). [WU Zhao-hui](#). [LUO Jia-bo](#). [YOU Wen-wei](#) [甘草药材HPLC指纹图谱研究](#) [期刊论文]-[中草药](#) 2005, 36 (12)
4. [杨进](#). [李晓玲](#). [李宁](#). [何安涛](#). [陈菽](#). [YANG Jin](#). [LI Xiao-ling](#). [LI Ning](#). [HE An-tao](#). [CHEN Shu](#) [栽培种金银花和野生种金银花染色体核型的比较分析](#) [期刊论文]-[湖北农业科学](#) 2011, 50 (2)

引证文献(2条)

1. [吴杲](#). [陆兔林](#). [毛春芹](#). [王静](#) [岩黄连生物碱提取工艺研究](#) [期刊论文]-[中国药师](#) 2010 (1)
2. [毛春芹](#). [谢辉](#). [池玉梅](#). [陆兔林](#). [王静](#). [胡芳](#). [李争艳](#) [高效液相色谱法测定岩黄连药材中3种生物碱](#) [期刊论文]-[中成药](#) 2011 (8)

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200805043.aspx