

3种糖的量变化也较大,造成这种现象的原因可能是同一品种在不同生态栽培环境条件下种植,环境因子和栽培措施的不同影响了枸杞果实内与蔗糖代谢相关酶活性的变化,最终使宁杞1号成熟果实内蔗糖代谢相关糖分产生较大变化。

糖的积累是果实品质形成的关键,而蔗糖代谢又是糖积累的重要环节。宁夏枸杞果实在进行果实蔗糖代谢的同时,还存在着枸杞多糖和枸杞总糖的合成、代谢与积累过程。因此探讨枸杞果实内的蔗糖代谢与枸杞果实多糖和总糖的代谢间的关系对于进一步揭示枸杞果实多糖代谢具有重要意义。对枸杞果实内枸杞多糖、枸杞总糖与葡萄糖、果糖、蔗糖间的相关性分析表明:枸杞多糖量与枸杞总糖、葡萄糖、果糖、蔗糖量总和均呈正相关,其中与枸杞总糖量相关性最大。枸杞总糖与葡萄糖、果糖、蔗糖呈极显著正相关,说明葡萄糖、果糖、蔗糖量是构成枸杞总糖的主要糖分,且葡萄糖、果糖、蔗糖量3者总和占到枸杞总糖量的83.3%以上,可见,枸杞果实内的蔗糖代谢在枸杞多糖和枸杞总糖的形成过程中具有十分重要的作用,当然除这3种糖外,枸杞果实内还含有其他种类的小分子可溶性糖,笔者将在下一步的研究中继续深入这方面的研究。

参考文献

[1] 龚荣高,张光伦. 柑橘果实糖代谢的研究进展[J]. 四川农业

大学学报,2003,12(4):343-346.

- [2] 张晓煜,刘静,王连喜. 枸杞品质综合评价体系构建[J]. 中国农业科学,2004,37(3):416-421.
- [3] 田庚元,王晨,冯宇澄. 枸杞子糖蛋白的分离纯化、物化性质及糖肽键特征[J]. 生物化学与生物物理学报,1995,27(2):201-206.
- [4] 杨晓萍,张声华. 枸杞子糖类的研究[J]. 林产化学与工业,1998,18(2):65-68.
- [5] 么厉,程惠珍,杨智. 中药材规范化种植(养殖)技术指南[M]. 北京:中国农业出版社,2006.
- [6] 赵智中,张上隆. 蔗糖代谢相关酶在温州蜜柑果实糖积累中的作用[J]. 园艺学报,2001,28(2):112-118.
- [7] 陈俊伟,张上隆,张良诚. 温州蜜柑果实发育进程中光合产物运输分配及糖积累特性[J]. 植物生理学报,2001,27(2):186-192.
- [8] Mac Rae E, Quick W P, Benker C, et al. Carbohydrate metabolism during postharvest ripening in kiwi fruit [J]. *Planta*, 1992, 188: 314-323.
- [9] Hubbard N L, Pharr D M, Huber S C. Role of sucrose biosynthesis in ripening bananas and its relationship to the respiratory climacteric [J]. *Plant Physiol*, 1990, 94: 201-208.
- [10] Komatsu A, Takano Rura Y, Moriguchi T, et al. Differential expression of three sucrose-phosphate synthase isoforms during accumulation in citrus fruit (*Citrus unshiu* Marc.) [J]. *Plant Sci.*, 1999, 140: 169-178.
- [11] Echeverria E, Gonzalez P C, Brune A, et al. Characterization of proton and sugar transport at the tonoplast of sweet lime (*Citrus limnne-tioides*) juice cells [J]. *Physiol Plant*, 1997, 101: 291-300.
- [12] 于希志. 杏果实发育的研究 [J]. 果树科学, 1990, 22(4): 47-51.

HPLC 测定不同基源及不同产地祖师麻中祖师麻甲素

蒋以号^{1,2},杨武亮^{3*},陈海芳³,余宝金³,介磊³,徐欢³,陈凯云³

(1. 北京中医药大学 中药学院,北京 100029; 2. 南昌大学 环境科学与工程学院,江西 南昌 330031;

3. 江西中医学院 现代中药制剂教育部重点实验室,江西 南昌 330004)

摘要:目的 通过测定不同基源及不同产地祖师麻药材中祖师麻甲素,为有效控制原药材质量及合理利用该药用植物资源提供参考。方法 以甲醇为提取溶剂,色谱柱 Dikma Diamonsil C₁₈(200 mm×4.6 mm,5 μm);流动相为乙腈-0.05%磷酸水(15:85),检测波长 UV326 nm,体积流量 1.0 mL/min,柱温 25℃。结果 祖师麻甲素在 15.5~930.0 ng 呈良好的线性关系,祖师麻甲素以陕甘瑞香量相对较高,尤其以甘肃天水的量为高。结论 该方法简便可靠,可用于祖师麻药材的质量评价。

关键词:祖师麻;祖师麻甲素;定量测定

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)07-1096-03

祖师麻药材主要产自陕西、甘肃、四川、云南、青海、西藏等地,为民间常用中草药,具有活血镇痛、祛

风湿的功能,用于风湿痹痛、关节炎、类风湿关节炎、跌打损伤等症的疼痛^[1]。本药古书无记载,解放

收稿日期:2007-10-12

作者简介:蒋以号(1968—),男,江西南昌人,讲师,北京中医药大学博士生,研究方向为中药化学成分及药理研究。Tel:13979195176

E-mail:jhy.ncdx@163.com

*通讯作者 杨武亮

后由于陕西、甘肃、湖北、四川、浙江、宁夏等地的大量临床应用才引起医药界重视。其原植物来源在《陕西中草药》、《山西中草药》、《陕西中药志》等记载为瑞香科瑞香属植物黄瑞香 *Daphne giraldii* Nitsche 的根皮及茎皮入药。其主要有效成分为祖师麻甲素^[2]。随着黄瑞香资源的减少和对瑞香属其他植物的研究开发与应用,发现瑞香属的多种植物也具有相同或相近的功效,这些植物应用最多的有陕甘瑞香 *Daphne tangutica* Maxim. 和凹叶瑞香 *Daphne retusa* Hemsl. 等^[3]。根据笔者从 2003~2004 年对祖师麻药材主要来源的初步调查结果,采用 HPLC 测定不同基源及不同产地祖师麻药材中祖师麻甲素的量,为有效控制原药材质量及合理利用该药用植物资源提供参考。

1 仪器与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪;四元泵、柱温箱、MVD 检测器,Agilent1100 色谱工作站;电子分析天平 AE240(十万分之一,瑞士,Mettler-Toledo Co.);CQ250 超声波清洗器(上海超声波仪器厂)。祖师麻甲素(瑞香素 daphnetin,定量测定用,购自中国药品生物制品检定所);乙腈为色谱纯,水为双蒸水,其他试剂均为分析纯。

祖师麻药材 2003~2004 年分别采购(自甘肃陇南、天水,安徽亳州和陕西西安,见表 1。经江西中医学院药用植物教研室刘庆华和杨武亮教授共同鉴定。

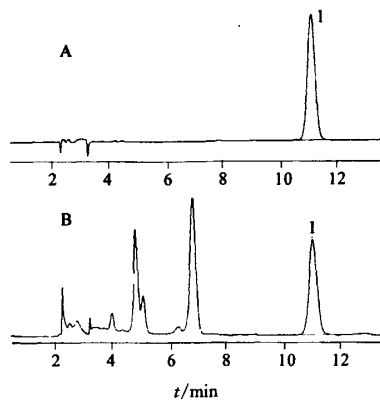
2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱 Dikma Diamonsil C₁₈(200 mm×4.6 mm,5 μm);流动相为乙腈-0.05%磷酸水(15:85),检测波长 UV326 nm,体积流量 1.0 mL/min,柱温 25℃。理论塔板数以祖师麻甲素峰计算不得低于 4 000。对照品及样品色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液制备:精密称取祖师麻甲素对照品适量,加甲醇制成 40 μg/mL 的溶液,即得。

2.3 供试品溶液的制备:精密称取祖师麻干燥粉末 0.25 g,置 50 mL 量瓶中,精密加入 50%甲醇 50 mL,称定质量,超声提取 30 min,冷却,再称定质量,用 50%甲醇补足减失的质量,摇匀,过 0.45 μm 滤膜,取续滤液作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察:精密称取祖师麻甲素对照品 0.015 50 g,置 100 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,即得到 0.155 mg/mL 的祖师麻甲素对照品溶液,从中分别精密吸取 0.5、1.0、5.0、10.0、15.0、20.0、30 mL 的对照品溶液,分别置 50 mL 量瓶中,用甲醇稀



A-对照品 B-甘肃陇南祖师麻样品 1-祖师麻甲素
A-reference substance B-Cortex *Daphnes Giraldii*
from Longnan in Gansu 1-daphnetin

图 1 祖师麻样品 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatogram of Cortex *Daphnes Giraldii*

释至刻度,摇匀,分别精密吸取上述对照品溶液各 10 μL,依次进样,测定峰面积,以进样量对峰面积进行线性回归,得回归方程 $Y = 5.7951X - 6.9232$, $r = 0.9996$,可见祖师麻甲素在 15.5~930.0 ng 呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取同一份黄花瑞香供试品溶液 10 μL,在上述色谱条件下重复进样测定 6 次,记录祖师麻甲素峰面积,平均值为 2 361.02, RSD 为 0.7%,结果表明仪器的精密度良好。

2.6 稳定性试验:取同一份供试品溶液在上述色谱条件下,分别在 0、2、4、6、8、10 h 进样 10 μL,以祖师麻甲素色谱峰面积计算 RSD 为 0.47%,结果表明供试品溶液在 10 h 内基本稳定。

2.7 重现性试验:按供试品溶液的制备方法,对同一批样品分别制备 5 份供试品溶液,按样品测定项下,各吸取 10 μL 进样测定。结果祖师麻甲素 RSD 为 0.91%,表明样品测定重现性良好。

2.8 回收率试验:分别精密称取样品 0.125 g,共 5 份,分别加入祖师麻甲素对照品溶液(含祖师麻甲素 0.318 4 mg/mL),按供试品溶液的制备方法制备供试品溶液,按样品测定项下,各吸取 10 μL 进样测定,平均回收率为 100.59%,RSD 为 2.32%。

2.9 样品测定:取不同产地、不同基源、不同采收期祖师麻样品,按 2.3 项下方法操作,每个样品提取 3 份,得各供试品溶液,精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL 注入液相色谱仪,测定,结果见表 1。

3 讨论

3.1 祖师麻药材主产于陕西、甘肃、四川、云南、青海、西藏等地。2003—2004 年笔者分别对祖师麻的

表 1 不同基源及不同产地祖师麻中祖师麻甲素的测定结果($n=3$)Table 1 Determination of daphnetin in *Cortex Daphnes Giraldii* from different sources and habitats ($n=3$)

名称	拉丁学名	祖师麻甲素/%	样品来源及采集(购)时间
黄花瑞香	<i>Daphne giraldii</i>	1.238	甘肃礼县马兆乡(2003-09)
		0.378	甘肃文县武都南山(2003-10)
		0.624	甘肃文县高楼山(2004-05)
		0.716	甘肃文县高楼山(2004-10)
陕甘瑞香	<i>D. tangutica</i>	0.668	甘肃天水(2003-09)
		0.355	甘肃文县武都南山(2003-10)
		1.602(叶)	甘肃天水(2003-10)
		1.096	甘肃天水(2003-10)
		0.762	甘肃文县武都南山(2004-05)
		0.851	甘肃文县高楼山(2004-10)
		0.645(老皮)	甘肃文县高楼山(2004-10)
		1.418(嫩皮)	甘肃文县高楼山(2004-10)
		0.590	甘肃礼县上坪乡(2003-09)
		0.232	甘肃文县武都南山(2003-10)
凹叶瑞香	<i>D. retusa</i>	0.815	甘肃文县高楼山(2004-05)
		0.830	甘肃文县高楼山(2004-10)
		0.657	甘肃文县武都南山(2004-05)
		0.630	甘肃文县高楼山(2004-05)
尖瓣瑞香	<i>D. acutiloba</i>	0.775	山西万荣药材公司(2005-02)
芫花瑞香	<i>D. genkwa</i>	0.474	陕西西安药材公司(2003-09)
祖师麻药材		0.025	山西万荣药材公司(2003-07)
		0.221	甘肃天水医院药房(2004-09)
		0.323	安徽亳州药材市场(2003-10)

主产区陕西和甘肃两省进行调查,发现祖师麻药材主要来源于甘肃天水、陇南地区,甘肃礼县的洮坪、上坪、马兆产量较大,植物来源基本上是陕甘瑞香,其中兼有尖瓣瑞香、凹叶瑞香、芫花瑞香、白瑞香等,但黄花瑞香较少。陕西平利县有少量分布,产量不大。

3.2 从表 1 中可以明显看出,祖师麻甲素的量以陕甘瑞香量相对较高;而陕甘瑞香从产地来看以甘肃天水量较高;采集品种祖师麻甲素量显著高于购买品种,可能与药材的贮存期有关。

3.3 祖师麻是以黄瑞香等的根皮及茎皮入药^[4],原药材的采集是破坏性的,应考虑大西北生态的脆弱以及资源可持续利用,在加强药材种植的同时,从表

1 结果看,可以考虑采制嫩枝或收集树叶作为替代原来的根皮及茎皮药用的研究。

致谢:本实验用材料由江西中医学院药用植物教研室刘庆华和甘肃武都陇南卫校药用植物标本室的王刚喜于 2003—2004 年采集提供。

参考文献:

- [1] 陈娟,师彦平. HPLC 法测定山茱萸磨香膏中祖师麻甲素的含量[J]. 中草药, 2005, 34(4): 539-541.
- [2] 党秋平,周军,刘建峰. HPLC 法测定祖师麻药材中祖师麻甲素的含量[J]. 陕西中医, 2006, 27(6): 734-736.
- [3] 江苏新医学院. 中药大词典(下册)[M]. 上海:上海人民出版社, 1977.
- [4] 陈博,王万,原红果,等. 高效液相色谱法测定祖师麻胶囊中祖师麻甲素的含量[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(3): 366-368.

RP-HPLC 法同时测定辽细辛中 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇

张磊,陈晓辉,刘玉磊,张加,毕开顺*

(沈阳药科大学药学院,辽宁 沈阳 110016)

摘要:目的 建立同时测定辽细辛中 3 种非挥发性成分的高效液相色谱方法,为该药材提供质量控制方法。方法 以醋酸乙酯为溶剂,对辽细辛药材粉末进行超声提取;采用 RP-HPLC 法对辽细辛中的 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇进行同时定量测定。Diamondsil C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-水(50:50);体积流量

收稿日期:2007-11-05

作者简介:张磊(1980—),男,河南郑州人,在读硕士,主要从事中药质量控制方法研究。

* 通讯作者 毕开顺 Tel: (024)23986016 E-mail: bikaishun@yahoo.com

HPLC测定不同基源及不同产地祖师麻中祖师麻甲素

作者：[蒋以号](#), [杨武亮](#), [陈海芳](#), [余宝金](#), [介磊](#), [徐欢](#), [陈凯云](#)
作者单位：[蒋以号](#) (北京中医药大学中药学院, 北京, 100029; [南昌大学环境科学与工程学院](#), 江西, 南昌, 330031), [杨武亮](#), [陈海芳](#), [余宝金](#), [介磊](#), [徐欢](#), [陈凯云](#) ([江西中医学院现代中药制剂教育部重点实验室](#), 江西, 南昌, 330004)
刊名：[中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39 (7)
被引用次数: 5次

参考文献(4条)

1. [陈娟](#); [师彦平](#) [HPLC法测定山茱萸麝香膏中祖师麻甲素的含量](#) [期刊论文] - [中草药](#) 2005 (04)
2. [党秋平](#); [周军](#); [刘建峰](#) [HPLC法测定祖师麻药材中祖师麻甲素的含量](#) [期刊论文] - [陕西中医](#) 2006 (06)
3. [江苏新医学院](#) [中药大词典](#) 1977
4. [陈博](#); [王万](#); [原红果](#) [高效液相色谱法测定祖师麻胶囊中祖师麻甲素的含量](#) [期刊论文] - [时珍国医国药](#) 2006 (03)

本文读者也读过(10条)

1. [张涛](#), [赵正保](#) [渗漉法提取祖师麻中瑞香素的工艺研究](#) [期刊论文] - [中国药物与临床](#) 2008, 8 (4)
2. [康阿龙](#), [汤迎爽](#), [张苏蘅](#), [孙成荣](#), [张娴](#), [KANG A-long](#), [TANG Ying-shuang](#), [ZHANG Su-heng](#), [SUN Cheng-rong](#), [ZHANG Xian](#) [HPLC测定祖师麻药材及不同炮制品中祖师麻甲素](#) [期刊论文] - [中国实验方剂学杂志](#) 2010, 16 (16)
3. [敖利](#), [Ao Li](#) [正交试验法优选祖师麻熏洗液醇提取工艺](#) [期刊论文] - [中国药业](#) 2010, 19 (16)
4. [张文](#) [浅谈祖师麻不同提取工艺的比较研究](#) [期刊论文] - [中国民族民间医药](#) 2009, 18 (20)
5. [李才堂](#), [虞金宝](#), [余良忠](#) [祖师麻提取纯化工艺考察](#) [期刊论文] - [医药导报](#) 2010, 29 (2)
6. [张应鹏](#), [李春雷](#), [杨云裳](#), [薛爱爱](#), [刘宇](#) [祖师麻中瑞香素的超声提取工艺研究](#) [期刊论文] - [中国中医药科技](#) 2009, 16 (3)
7. [刘妍](#), [毕慧敏](#), [游富英](#), [Liu Yan](#), [Bi Huimin](#), [You Fuying](#) [祖师麻甲素的提取、高效液相色谱测定及量子化学研究](#) [期刊论文] - [计算机与应用化学](#) 2009, 26 (10)
8. [刘妍](#), [游富英](#), [毕慧敏](#) [陕西祖师麻药材HPLC指纹图谱研究](#) [期刊论文] - [安徽农业科学](#) 2010, 38 (7)
9. [邸立杰](#), [王晓云](#), [Di Lijie](#), [Wang Xiaoyun](#) [祖师麻药材鉴别及祖师麻甲素含量的测定](#) [期刊论文] - [中国药事](#) 2008, 22 (1)
10. [张民](#) [两种不同工艺祖师麻制剂疗效比较](#) [期刊论文] - [兰州医学院学报](#) 2004, 30 (3)

引证文献(5条)

1. [张和平](#), [叶文斌](#), [王瀚](#), [樊亮](#) [黄瑞香干燥叶片挥发性化学成分的GC-MS分析](#) [期刊论文] - [广东农业科学](#) 2012 (24)
2. [汤迎爽](#), [康阿龙](#) [高效液相色谱法测定祖师麻叶中祖师麻甲素含量](#) [期刊论文] - [中国药业](#) 2012 (12)
3. [张晓萍](#), [丁永辉](#), [李玲莉](#), [张妍](#), [倪琳](#), [杨锡](#) [HPLC法测定祖师麻膏药中祖师麻甲素和紫丁香苷](#) [期刊论文] - [中成药](#) 2011 (10)
4. [康阿龙](#), [汤迎爽](#), [张苏蘅](#), [孙成荣](#), [张娴](#) [HPLC测定祖师麻药材及不同炮制品中祖师麻甲素](#) [期刊论文] - [中国实验方剂学杂志](#) 2010 (16)
5. [刘冰](#), [吕曙华](#), [吴贵华](#), [郭景强](#) [高效液相色谱法测定祖师麻药材中祖师麻甲素](#) [期刊论文] - [中草药](#) 2010 (5)