

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)
凹叶瑞香	<i>D. retusa</i>	0.232	甘肃文县武都南山(2003-10)
		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)
尖瓣瑞香	<i>D. acutiloba</i>	0.630	甘肃文县高楼山(2004-05)
芫花瑞香	<i>D. genkwa</i>	0.775	山西万荣药材公司(2005-02)
祖师麻药材		0.474	陕西西安药材公司(2003-09)
		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

为1.0 mL/min;检测波长为240 nm;进样量为10 μ L;外标法定量。结果 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇分别在3.50~35.0 μ g/mL($r=0.999\ 7$)、1.52~76.0 μ g/mL($r=0.999\ 2$)和0.38~7.60 μ g/mL($r=0.999\ 9$)呈良好线性关系,回收率分别为99.7%(RSD=2.7%)、96.7%(RSD=1.9%)和97.7%(RSD=1.5%)。结论 该方法简便快速,结果准确,重现性好,可用于辽细辛药材的质量控制。

关键词:辽细辛;*L*-细辛脂素;*L*-芝麻脂素;卡枯醇

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)07-1098-03

细辛为马兜铃科植物北细辛 *Asarum heterotropoides* Fr. Schmidt var. *mandshuricum* (Maxim.) Kitag.、汉城细辛 *A. sieboldii* Miq. var. *seoulense* Nakai 或华细辛 *A. riebaldii* Miq. 的根及根茎,前两种习称辽细辛^[1],是我国传统中药材,具有祛风散寒、通窍止痛、温肺化饮的功能,用于治疗风寒感冒、头痛鼻塞、风湿痹痛、痰饮喘咳等症^[2]。细辛中主要含有挥发油类、木脂素类成分,尚含有黄酮类、生物碱类、酰胺和其他成分^[3]。有关细辛的文献报道主要集中于挥发性成分,对其非挥发性成分研究较少,且多是全草提取,对其根、根茎提取的研究尚未见报道。据报道非挥发性成分中的 *L*-细辛脂素和 *L*-芝麻脂素具有抗病毒和抗结核杆菌的作用,临床观察对气管炎有一定疗效^[4~7],卡枯醇具有镇咳、调血脂作用^[8],可见非挥发性成分也是细辛重要的药效成分,有必要对其进行研究。本研究建立了辽细辛中3种非挥发性成分的定量测定方法,对于全面监控辽细辛的质量提供了依据。

1 仪器与试药

LC-2010 液相色谱仪(日本岛津公司),SPD-10A VP 紫外检测器(日本岛津公司),CLASS-LC 10A 色谱工作站(日本岛津公司)。

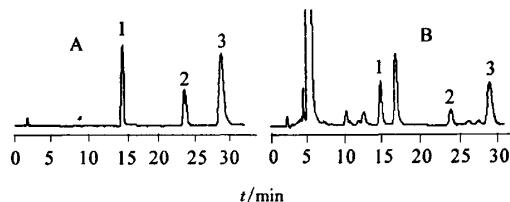
对照品:*L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇对照品均为自制,质量分数均达到99.9%以上。重蒸水为自制,乙腈(色谱纯,山东禹王化学试剂公司),醋酸乙酯(分析纯,天津市大茂化学试剂厂),其余试剂均为分析纯。本研究收集了不同产地的辽细辛药材共12批,经沈阳药科大学孙启时教授鉴定为正品北细辛。

样品的预处理:样品粉碎过40目筛,置广口瓶中,干燥阴凉处密闭保存。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验:色谱柱为 Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μ m),检测波长为240 nm;柱温35 $^{\circ}$ C;体积流量为1.0 mL/min;进样量为10 μ L。理论塔板数按 *L*-细辛脂素计算不低于12 000,按 *L*-芝麻脂素计算不低于4 000,按卡枯醇计算不低于10 000,主色谱峰与相邻峰之间分离度

大于1.5,重现性良好。在上述色谱条件下,对照品色谱图和样品色谱图见图1。



1-卡枯醇 2-*L*-芝麻脂素 3-*L*-细辛脂素
1-kakool 2-*L*-sesamin 3-*L*-asarinin

图1 对照品(A)和样品(B)色谱图

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

2.2 对照品溶液制备:分别精密称取 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇对照品适量,用乙腈溶解并稀释制成质量浓度分别为175.0、152.0、38.0 μ g/mL的溶液。

2.3 供试品溶液制备:取细辛药材粉末约0.5 g,精密称定,置25 mL锥形瓶中,分别用醋酸乙酯5 mL超声3次,每次20 min,合并提取液并回收溶剂,残渣用醋酸乙酯溶解并定量转移至50 mL量瓶中,定容,摇匀,用0.45 μ m微孔滤膜滤过,取续滤液备用。

2.4 线性关系考察:分别精密量取 *L*-细辛脂素对照品溶液0.3、0.6、1.0、1.5、2.0、2.5 mL, *L*-芝麻脂素对照品溶液0.1、0.5、1.0、2.0、2.5、5.0 mL和卡枯醇对照品溶液0.1、0.3、0.6、1.0、1.5、2.0 mL置10 mL量瓶中,用乙腈定容至刻度,摇匀。分别取上述对照品混合溶液10 μ L进样,在上述色谱条件下分析。以对照品溶液质量浓度(μ g/mL)为横坐标(X),对照品峰面积为纵坐标(Y),绘制标准工作曲线并进行回归分析, *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇分别在3.50~35.0、1.52~76.0、0.38~7.6 μ g/mL呈良好线性关系。所得回归曲线方程为 *L*-细辛脂素: $Y=1.448\times10^4 X-2.696\times10^3$, $r=0.999\ 7$; *L*-芝麻脂素: $Y=1.389\times10^4 X-3.270\times10^3$, $r=0.999\ 2$;卡枯醇: $Y=3.982\times10^4 X-3.451\times10^3$, $r=0.999\ 9$ 。

2.5 精密度试验:取同一质量浓度对照品溶液,在上述色谱条件下连续进样6次,以 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇对照品的峰面积计算,RSD分别

为 1.8%、1.5%、2.0%。

2.6 重现性试验:取同一批号药材 5 份,按 2.3 项下制备,在上述色谱条件下分析,计算 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇质量分数的 RSD 分别为 2.3%、2.5%、3.0%。

2.7 回收率试验:称取已知质量分数的同一批号辽细辛药材共 9 份,按低、中、高质量浓度分别精密加入对照品溶液,每一质量浓度 3 份,挥干溶剂后,按照 2.3 项下制备,在上述色谱条件下进样分析,计算回收率。*L*-细辛脂素平均回收率 99.7%,RSD 为 2.7%;*L*-芝麻脂素平均回收率 96.7%,RSD 为 1.9%;卡枯醇平均回收率 97.7%,RSD 为 1.5%。

2.8 稳定性试验:分别于 0、2、4、8、12、24 h 取同一供试品溶液进样 10 μ L,以 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇的峰面积计算,RSD 分别为 2.3%、2.0%、1.5%。

2.9 样品测定:取所收集的各产地辽细辛干燥药材粉末,按 2.3 项下操作,在上述色谱条件下进行分析,用外标法计算辽细辛中 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇的量。测定结果见表 1。

表 1 12 批不同产地辽细辛药材中的 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素、卡枯醇测定结果($n=3$)

Table 1 Contents of *L*-asarinin, *L*-sesamin, and kakuol in 12 different samples of *A. heterotropoides* ($n=3$)

编号	基 源	<i>L</i> -细辛脂素/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	<i>L</i> -芝麻脂素/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	卡枯醇/ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
1	鞍山,辽宁	0.652 5	0.413 4	0.042 8
2	五里甸子,辽宁	0.810 5	0.452 1	0.081 8
3	黑沟桓仁,辽宁	0.558 2	0.428 1	0.207 4
4	桓仁 A,辽宁	0.754 1	1.140 1	0.047 1
5	丹东宽甸,辽宁	0.460 5	0.370 5	0.026 9
6	黑龙江	0.665 4	0.449 6	0.151 0
7	锦州,辽宁	0.623 2	0.398 1	0.101 4
8	沈阳,辽宁	0.898 8	0.436 8	0.186 4
9	丹东华邦,辽宁	0.750 2	7.370 4	0.183 2
10	丹东成大,辽宁	0.833 8	0.557 4	0.194 1
11	赤峰,内蒙古	0.709 6	0.508 2	0.265 0
12	铁岭,辽宁	0.816 9	0.276 3	0.166 5

3 讨论

3.1 本实验采用 RP-HPLC 法对 12 个辽细辛样品

中的 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇 3 个化学成分进行定量测定。结果表明,不同产地辽细辛中 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇量变化很大,因此对其进行同时测定很有必要。

3.2 本研究以 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇量为测定指标,采用超声提取法考察了甲醇、醋酸乙酯和 80%乙醇,结果表明,醋酸乙酯提取效率明显高于其他两种溶剂。本研究采用正交实验设计,以 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇的量为检测指标,选择溶剂用量(A)、提取时间(B)和提取次数(C)3 个因素,每个因素 3 个水平进行考察,用 $L_9(3^4)$ 进行实验设计的优选,通过综合分析,最终确定最佳提取条件为 $A_3B_1C_3$,即加入 10 倍量醋酸乙酯,提取 3 次,每次 20 min。

3.3 《中国药典》2005 年版规定,细辛入药部位为根及根茎^[1],以前有关非挥发性成分的研究均是采用全草提取,本实验根据《中国药典》规定,首次对其根及根茎部位化学成分进行同时定量测定,为今后全面控制辽细辛质量提供了理论依据和物质基础。

3.4 *L*-细辛脂素、*L*-芝麻脂素和卡枯醇为辽细辛非挥发性成分中的主要药效成分,但有关其非挥发性成分的研究很少,本研究通过超声法进行辽细辛化学成分的提取,利用 RP-HPLC 法对其中的 3 种非挥发性成分进行了同时测定。该方法简便,快捷,准确,灵敏度高,分离度好,为全面控制辽细辛的质量提供了理论依据和方法基础。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 刘兴隆,贾 波,黄秀深,等. 细辛药理研究概况[J]. 江苏中医药,2005,26(7): 59.
- [3] 蔡少青,李 军,楼之岑,等. 常用中药材品种整理和质量研究[M]. 北京:北京医科大学出版社,2005.
- [4] 蔡少青,王 禾,陈世忠,等. 北细辛非挥发性化学成分的研究[J]. 北京医科大学学报,1996,3(28): 228.
- [5] 江纪武,肖庆祥. 植物药有效成分手册[M]. 北京:人民卫生出版社,1986.
- [6] 郭曾军,刘 辉,王 利. HPLC 法测定不同品种商品细辛中细辛脂素和芝麻脂素含量[J]. 中药材,2001,4(24): 273.
- [7] 王桂芳,张守尧,朱素琴. HPLC 法测定北细辛中芝麻脂素和细辛脂素的含量[J]. 药物分析杂志,1999,19(4): 251.
- [8] 蔡少青,李 军,楼之岑,等. 常用中药材品种整理和质量研究[M]. 北京:北京医科大学出版社,2005.

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

作者：[张磊](#)，[陈晓辉](#)，[刘玉磊](#)，[张加](#)，[毕开顺](#)
作者单位：[沈阳药科大学药学院, 辽宁沈阳, 110016](#)
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：2次

参考文献(8条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [刘兴隆;贾波;黄秀深](#) [细辛药理研究概况](#)[期刊论文]-[江苏中医药](#) 2005 (07)
3. [蔡少青;李军;楼之岑](#) [常用中药材品种整理和质量研究](#) 2005
4. [蔡少青;王禾;陈世忠](#) [北细辛非挥发性化学成分的研究](#) 1996 (03)
5. [江纪武;肖庆祥](#) [植物药有效成分手册](#) 1986
6. [郭曾军;刘辉;王利](#) [HPLC法测定不同品种商品细辛中细辛脂素和芝麻脂素含量](#)[期刊论文]-[中药材](#) 2001 (04)
7. [王桂芳;张守尧;朱素琴](#) [HPLC法测定北细辛中芝麻脂素和细辛脂素的含量](#)[期刊论文]-[药物分析杂志](#) 1999 (04)
8. [蔡少青;李军;楼之岑](#) [常用中药材品种整理和质量研究](#) 2005

本文读者也读过(10条)

1. [何艺兰. 王云](#) [薄层扫描法测定息喘丸中麻黄碱含量](#)[期刊论文]-[中草药](#)2001, 32 (4)
2. [张峰. 徐青. 付绍平. 肖红斌. 梁鑫淼](#) [杜衡挥发油的化学成分研究](#)[期刊论文]-[中草药](#)2004, 35 (11)
3. [郭鸿宣. 陈康](#) [二阶导数光谱法测定不同产地草麻黄中总生物碱的含量](#)[期刊论文]-[中药材](#)2004, 27 (10)
4. [张会宗. 刘晶. 邸子真. 郭振武. ZHANG Hui-zong. LIU Jing. DI Zi-zhen. GUO Zhen-wu](#) [高效液相色谱法测定细辛属药材中α-细辛醚含量](#)[期刊论文]-[医药导报](#)2009, 28 (10)
5. [杜成智. 陈玉萍. 覃洁萍. 冯军. DU Cheng-zhi. CHEN Yu-ping. QIN Jie-ping. FENG Jun](#) [不同产地细辛挥发油的GC-MS分析](#)[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#)2011, 17 (7)
6. [刘海燕. 范婧. 高微微. 国辉. 李荣英. 李学兰. LIU Hai-yan. FAN Jing. GAO Wei-wei. GUO Hui. LI Rong-ying. LI Xue-lan](#) [细辛挥发油对植物病原真菌的抑制作用研究](#)[期刊论文]-[中草药](#)2007, 38 (12)
7. [宋娜丽. 照日格图. 却翎. 万春平. 唐志国. SONG Lina. ZHAO Rigetu. QUE Ling. WAN Chunping. TANG Zhiguo](#) [细辛的化学成分和生物活性研究概况](#)[期刊论文]-[中国民族民间医药杂志](#)2008, 17 (4)
8. [李丽. 张村. 肖永庆. 陈东东. 田国芳. 王云. LI Li. ZHANG Cun. XIAO Yong-qing. CHEN Dong-dong. TIAN Guo-fang. Wang Yun](#) [大黄5种饮片种2个苯丁酮成分含量比较研究](#)[期刊论文]-[北京中医药大学学报](#)2010, 33 (8)
9. [陈晖. 张彩霞. Chen Hui. Zhang Caixia](#) [HPLC法测定不同品种细辛中马兜铃酸A的含量](#)[期刊论文]-[甘肃科技](#) 2009, 25 (6)
10. [陈康. 林文津. 林励. 祝晨. 张牡丹. 赵崇煜](#) [麻黄饮片的质量标准研究](#)[期刊论文]-[中药新药与临床药理](#) 2004, 15 (5)

引证文献(2条)

1. [许亚玲. 周兰. 罗曼. 申瑾. 廖波](#) [通迪胶囊中细辛脂素含量的高效液相色谱测定](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2011 (10)
2. [黄蛟. 易进海. 刘玉红. 黄志芳. 陈燕. 刘云华](#) [炒制对细辛中黄樟醚、甲基丁香酚和细辛脂素含量的影响](#)[期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2013 (19)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200807048.aspx