

表 3 竹黄在不同类型短穗竹林中的寄生率与产量

Table 3 Parasitic rate and output of *S. bambusicola* stroma in *B. densiflorum* woods of different types

测试地点	短穗竹纯林		短穗竹-杂灌混交林	
	寄生率/%	产量/(kg·hm ⁻²)	寄生率/%	产量/(kg·hm ⁻²)
浙江临安九仙山	18.47	185.78	3.43	15.75
浙江省临安玲珑山	16.88	153.51	3.22	17.83
浙江临安青山湖	17.69	179.63	3.53	18.92
浙江临安横溪村	15.35	168.54	2.61	12.58
浙江临安果木场	18.24	188.97	3.56	22.74
浙江临安龙井村	17.62	181.22	3.70	22.29

中下旬达最高值,分别为 4.680 8 g(约为最初的 23 倍)与 4.079 2 g(约为最初的 22 倍),然后迅速下降。结合笔者对竹黄中竹红菌素量的研究^[7,8],5 月中旬为竹黄采收的最佳时机。不同寄主上的竹黄的鲜质量差异极显著,Sb4 与 Sb1 的最大鲜质量分别是 Sb3 的 7 倍与 6 倍多,差异极为显著。

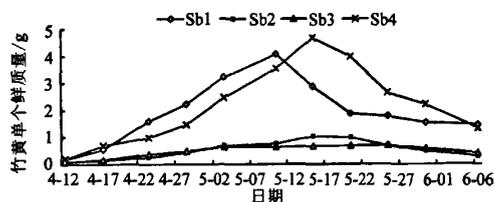


图 1 不同竹种上寄生的竹黄单个鲜质量随时间变化曲线

Fig. 1 Each fresh weight of *S. bambusicola* stroma parasitizing at different bamboos in different times

3 结论

调查表明,竹黄在浙江省范围内广泛分布,但目前仍处于自生自灭的野生状态,开发潜力较大。

不论从寄主优势、竹黄个体大小,还是竹黄中竹红菌素的量,短穗竹上寄生的野生竹黄具有较大的开发利用价值,且短穗竹是一种分布极为广泛的杂竹,生长繁殖能力强,目前尚未开发利用。因此,在采集野生竹黄与进行野外接种培养可优先考虑短穗竹为寄主。同时,5 月中下旬是竹黄采收的最佳季节。

参考文献:

- [1] 贾小明,徐晓红,庄百川,等.药用竹黄菌的生物学研究进展[J].微生物学通报,2006,33(3):147-150.
- [2] 闫雪梅.竹黄的化学成分及药理作用研究进展[J].中国新医药,2004,3(2):50-52.
- [3] 林海萍,陈声明,陈超龙.一种值得开发利用的药用真菌[J].浙江林业科技,2002,22(1):77-80.
- [4] 赵丹,梁宗琦.竹黄的分离培养研究进展[J].菌物研究,2005,3(1):53-57.
- [5] 方中达.植物研究方法[M].北京:农业出版社,1982.
- [6] 赖广辉,傅乐意.竹黄主要寄主植物的研究[J].中国野生植物资源,2000,19(1):8-11.
- [7] 林海萍,陈虹,叶勇,等.竹黄竹红菌甲素含量测定方法[J].浙江林学院学报,2002,19(2):157-160.
- [8] 林海萍,季伟强,吴美芳,等.不同来源竹黄中竹红菌甲素含量比较研究[J].中草药,2005,36(S):251-254.

雷公藤中雷公藤甲素和雷公藤乙素的测定

林 纾¹,邓思珊¹,阙慧卿¹,郭舜民¹,齐一萍¹,樊兆升²

(1.福建省医学科学研究所,福建 福州 350001; 2.美国健康研究所,美国)

摘要:目的 建立雷公藤药材中雷公藤甲素和雷公藤乙素的 HPLC 定量测定方法。方法 药材经 95%乙醇回流提取,过中性氧化铝柱,三氟甲烷-甲醇(9:1)洗脱,洗脱液蒸干后用流动相定容。色谱柱:Hypersil BDS 色谱柱(250 mm×4.0 mm,5 μm)。流动相为乙腈-水(23:77)(雷公藤甲素),乙腈-水(16:84)(雷公藤乙素)。检测波长:220 nm。结果 雷公藤甲素与雷公藤乙素线性范围均在 5~100 μg/mL,线性关系良好。平均回收率分别为 97.5%和 97.3%,RSD<2%(n=9)。结论 本方法重现性好,灵敏度高,可用于雷公藤中雷公藤甲素和雷公藤乙素的测定。

关键词:雷公藤;雷公藤乙素;雷公藤甲素;高效液相色谱

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)09-1409-03

雷公藤 *Tripterygium willfordii* Hook. f. 系卫矛科雷公藤属植物,其药用部位是该植物的根及根

茎^[1,2]。雷公藤药材临床应用于治疗类风湿性关节炎等自身免疫性疾病已获得较好的评价,在国内的应

用越来越广泛,并引起国际的重视,国内外在许多地方开始人工栽培雷公藤,并已获成功,因此,建立雷公藤药材的质量检测标准显得十分重要。雷公藤中有抗炎、免疫抑制等作用的活性成分主要是雷公藤二萜内酯类成分^[3],因此,笔者选择雷公藤中二萜内酯成分雷公藤甲素^[4]和雷公藤乙素作为雷公藤药材质控指标。

1 仪器与试剂

美国HP 1100型高效液相色谱仪。雷公藤甲素、雷公藤乙素对照品,质量分数均在99.5%以上,由本所药物室提供。甲醇、乙腈为色谱纯。其余试剂均为分析纯。水为双蒸水。雷公藤药材由美国健康研究所提供并负责鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱为Hypersil BDS(250 mm×4.0 mm, 5 μm);流动相为乙腈-水(23:77)(用于雷公藤甲素),乙腈-水(16:81)(用于雷公藤乙素);检测波长:220 nm;体积流量:1 mL/min;进样量20 μL;柱温:室温。

2.2 对照品溶液的制备:精密称定雷公藤甲素、雷公藤乙素对照品各2.0 mg。置100 mL量瓶中,加适量乙腈溶解。再加适量流动相定容至刻度、摇匀,用0.45 μm微孔滤膜滤过,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:精密称取已粉碎的雷公藤药材各10 g,加入95%乙醇100 mL浸泡24 h,加热回流提取2 h,冷却、滤过,残渣再重复提取2次,合并3次提取的滤液,减压浓缩至提取液25 mL,移至分液漏斗中,加入25 mL蒸馏水,再加入25 mL三氯甲烷,轻摇,收集下层,共提取3次,合并三氯甲烷提取液,浓缩并定容至50 mL。过中性氧化铝柱(10 g),用50 mL三氯甲烷-甲醇(9:1)洗脱6次,将洗脱液蒸干,以流动相稀释并定容至50 mL,用0.45 μm微孔滤膜滤过,作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察:精密吸取雷公藤甲素、雷公藤乙素对照品溶液0.25、0.50、1.50、2.50、3.50、4.50 mL,以23%、16%乙腈溶液分别定容于10 mL量瓶中,精密进样20 μL,按上述各自色谱条件测定其峰面积。以峰面积(A)为纵坐标,质量浓度(C)为横坐标,计算线性回归方程。雷公藤甲素: $A=33.3C-16.3$,在5~100 μg/mL线性关系良好, $r=0.9986$ 。雷公藤乙素: $A=23.69C-13.60$,在5~100 μg/mL线性关系良好, $r=0.9989$ 。

2.5 精密度试验:分别取20 μg/mL雷公藤甲素和雷公藤乙素对照品溶液,在上述色谱条件下重复进

样6次,测定其峰面积,RSD分别为1.89%和1.95%。

2.6 稳定性试验:取雷公藤药材(1号)制成供试品溶液,0、4、8、12、16、20、24 h进行测定峰面积值,结果雷公藤甲素及雷公藤乙素RSD分别为0.98%及0.99%。

2.7 重现性试验:取2号雷公藤药材6份,制备供试品溶液,进行测定,计算雷公藤甲素及雷公藤乙素的质量分数,结果RSD分别为2.78%和2.98%。

2.8 加样回收率试验:取同一批雷公藤药材9份,每份10 g,精密称定,加入一定量的雷公藤甲素及雷公藤乙素对照品,按供试品溶液的制备方法进行处理和测定,计算平均回收率分别为97.5%,RSD=1.98%($n=9$)和97.3%,RSD=1.99%($n=9$)。

2.9 样品测定:分别对12批雷公藤药材,按上述测定方法进行测定,结果见表1,图1、2。

表1 不同产地雷公藤药材中雷公藤甲素及雷公藤乙素测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of triptolide and tridilolide in *T. willfordii* from various habitats ($n=3$)

药材	雷公藤甲素/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	雷公藤乙素/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
1. 湖南株洲(盆地) 雷公藤根皮(野生)	34.3	13.5
2. 福建泰宁(盆地) 雷公藤根皮(野生)	26.4	14.5
3. 湖南株洲(盆地) 雷公藤根芯(野生)	21.6	19.0
4. 湖南株洲(山坡) 雷公藤根皮(野生)	39.7	8.4
5. 福建泰宁(盆地) 雷公藤根芯(野生)	13.6	5.5
6. 湖南株洲(山坡) 雷公藤根芯(野生)	15.0	8.3
7. 湖南株洲(山顶) 雷公藤根芯(野生)	16.6	3.2
8. 福建泰宁雷公藤种植基地 (盆地优种)根芯	13.0	16.2
9. 福建泰宁雷公藤种植基地 (山坡优种)根芯	14.2	12.9
10. 福建泰宁雷公藤种植基地 (山坡)根芯	9.1	15.4
11. 福建泰宁雷公藤种植基地 (盆地)根芯	15.4	12.9
12. 福建泰宁雷公藤种植基地 (山顶)根芯	9.8	24.5

3 讨论

雷公藤药材中最重要的有效且毒性大的成分是雷公藤甲素,而雷公藤乙素是有效却毒性低的二萜内酯成分,也是雷公藤多成片中起免疫抑制作用的成分。

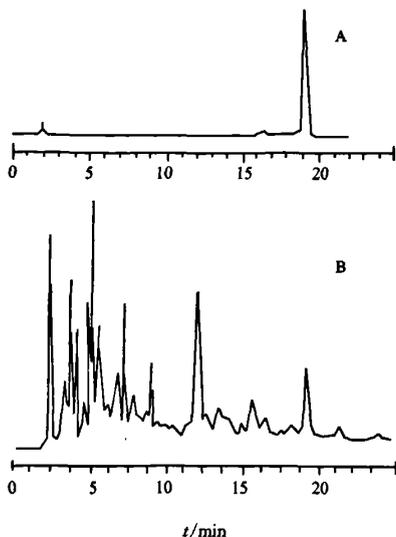


图1 雷公藤乙素(A)和雷公藤(B)的色谱图
Fig. 1 Chromatograms of tripdiolide (A) and *T. willfordii* (B)

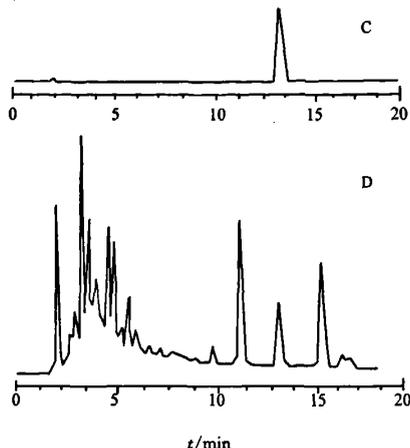


图2 雷公藤甲素(C)和雷公藤(D)的色谱图
Fig. 2 Chromatograms of tritolidide (C) and *T. willfordii* (D)

美国健康研究所对其在福建省泰宁县的雷公藤药材种植基地出产的雷公藤药材要求检测雷公藤甲素和雷公藤乙素,以此作为衡量雷公藤药材质量标准的依据。

本实验对两个活性成分采用同一提取方法、同一色谱柱、同一体系、同一波长进行测定,方法简便,而且在《中国药典》中雷公藤药材仅有鉴别项。对雷

公藤药材定量测定方法的研究可作为雷公藤药材质量标准建立的重要参考。

参考文献:

- [1] 苏维广, 孟江. 雷公藤的临床应用 [J]. 辽宁中医杂志, 2003, 30(10): 845-846.
- [2] 许静亚, 杨峻, 李乐真, 等. 雷公藤抗肿瘤的实验研究 [J]. 中国中西医结合杂志, 1992, 12(3): 161-164.
- [3] Kupchan S M, Court W A, Dailey R G. *et al.* Triptolide and triptolidide, novel antileukemic diterpenoid triepoxids from *Tripterygium willfordii* [J]. *J Am Chem Soc.* 1972, 94: 7194.
- [4] 邓思珊, 张韬, 阙慧卿, 等. 雷公藤药材含量测定方法的研究 [J]. 中草药, 2004, 35(增刊): 198-199.

RP-HPLC 同时测定枇杷叶中 4 种三萜酸

陈龙胜, 忻 旻, 许舒雯

(安徽省分析测试中心, 安徽 合肥 230031)

摘要:目的 建立同时测定枇杷叶中 4 种三萜酸成分 2 α -羟基齐墩果酸(I)、2 α -羟基熊果酸(II)、齐墩果酸(III)和熊果酸(IV)高效液相色谱。方法 采用反相高效液相色谱法,使用 Phenomenex-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m),流动相为甲醇-1.0%醋酸溶液(88:12),体积流量 0.8 mL/min,柱温 25 $^{\circ}$ C,检测波长 215 nm。结果 成分 I~IV 在进样量 1.0~6.0 μ g 均有良好线性关系, $r=0.9999$ ($n=6$); I~IV 的平均加样回收率分别为 96.2%、99.0%、101.4%、98.2%,RSD 分别为 0.64%、0.36%、0.31%、0.44%。结论 该方法方便快捷,结果准确可靠。

关键词:枇杷叶;三萜酸;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)09-1411-03

枇杷叶为蔷薇科植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. 的干燥叶,是常用中药材之一,具有止咳化痰、降气和胃之效,常用于支气管炎、肺热咳

嗽^[1,2]。文献研究表明枇杷叶中三萜酸类化合物种类丰富,其中齐墩果酸和熊果酸具有显著的抗炎、抗肿瘤、促进免疫、保肝、强心等药理作用^[2]。随着药理研

收稿日期:2007-12-15

基金项目:国家星火基金项目(2006EA710024);合肥市人才发展基金项目

作者简介:陈龙胜(1980-),男,硕士,主要研究方向为天然产物提取、分离和生物转化。

Tel:(0551)5145209 E-mail:formatsky@tom.com

雷公藤中雷公藤甲素和雷公藤乙素的测定

作者: [林绥](#), [邓思珊](#), [阙慧卿](#), [郭舜民](#), [齐一萍](#), [樊兆升](#)

作者单位: [林绥, 邓思珊, 阙慧卿, 郭舜民, 齐一萍 \(福建省医学科学研究所, 福建, 福州, 350001\)](#), [樊兆升 \(美国健康研究所, 美国\)](#)

刊名: [中草药](#) **ISTIC** **PKU**

英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)

年, 卷(期): 2008, 39 (9)

被引用次数: 3次

参考文献(4条)

1. 苏维广;孟江. 雷公藤的临床应用[期刊论文]-[辽宁中医杂志](#) 2003(10)
2. 许静亚;杨峻;李乐真. 雷公藤抗肿瘤的实验研究 1992(03)
3. Kupchan S M;Court W A;Dailey RG. [Triptolide and triptidiolide, novel antileukemic diterpenoid triepoxids from Tripterygium willfordii](#)[外文期刊] 1972
4. 邓思珊;张韬;阙慧卿. 雷公藤药材含量测定方法的研究 2004(zk)

本文读者也读过(10条)

1. [邓思珊](#). [林绥](#). [阙慧卿](#). [郭舜民](#). [齐一萍](#). [樊兆升](#). 雷公藤药材中雷公藤甲素和雷公藤乙素的含量测定[会议论文]-2008
2. [张聪聪](#). [黄建明](#). [俞媚华](#). [侯爱君](#). [朱国福](#). [ZHANG Cong-cong](#). [HUANG Jian-ming](#). [YU Mei-hua](#). [HOU Ai-jun](#). [ZHU Guo-fu](#). [HPLC法测定雷公藤提取物中雷公藤甲素及两种生物碱的含量](#)[期刊论文]-[复旦学报\(医学版\)](#) 2009, 36(3)
3. [郑笑为](#). [刘燕](#). [鲁静](#). [Zheng Xiaowei](#). [Liu Yan](#). [Lu Jing](#). [HPLC法测定雷公藤原料中雷公藤甲素的含量](#)[期刊论文]-[中国药事](#)2008, 22(6)
4. [刘碧波](#). [Liu Bi-bo](#). [HPLC法测定雷公藤贴膏中雷公藤甲素的含量](#)[期刊论文]-[中医药导报](#)2008, 14(8)
5. [库尔班江](#). [张焱](#). [Kuerbanjiang](#). [ZHANG Yan](#). [高效液相色谱法测定雷公藤类药材及其制剂中雷公藤甲素的含量](#)[期刊论文]-[中南药学](#)2008, 6(5)
6. [陈岳祥](#). [乔艳](#). [乔化民](#). [姚建忠](#). [CHEN Yue-xiang](#). [QIAO Yan](#). [QIAO Hua-min](#). [YAO Jian-zhong](#). [HPLC法测定粉背雷公藤中雷公藤甲素的含量](#)[期刊论文]-[药学实践杂志](#)2009, 27(2)
7. [王艳芝](#). [WANG Yanzhi](#). [HPLC法测定雷公藤片中雷公藤甲素的含量](#)[期刊论文]-[中国医药导报](#)2010, 07(4)
8. [侯梦斌](#). 雷公藤甲素的工业化生产[会议论文]-2008
9. [乔化民](#). [乔艳](#). [陈岳祥](#). [唐庆年](#). [HPLC法测定桂林产粉背雷公藤茎枝中雷公藤甲素的含量](#)[期刊论文]-[广西医科大学学报](#)2009, 26(2)
10. [胡建林](#). [敖琳](#). [宾婕](#). [杨丽川](#). [刘晋祎](#). [曹佳](#). [HPLC法测定昆明山海棠中雷公藤甲素含量](#)[期刊论文]-[云南中医中药杂志](#)2010, 31(7)

引证文献(3条)

1. [钱丽萍](#). [阙慧卿](#). [邓思珊](#). [林绥](#). [郭舜民](#). [齐一萍](#). 雷公藤内酯醇生物涂膜的质量标准研究(I)[期刊论文]-[海峡药学](#) 2010(11)
2. [林绥](#). [邓思珊](#). [阙慧卿](#). [钱丽萍](#). [郭舜民](#). [齐一萍](#). [HPLC法测定雷公藤内酯醇生物贴中雷公藤内酯醇](#)[期刊论文]-[中草药](#) 2010(9)
3. [刘为萍](#). [刘素香](#). [唐慧珠](#). [白梅](#). [王丽兰](#). [刘艳](#). 雷公藤研究新进展[期刊论文]-[中草药](#) 2010(7)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200809042.aspx