

检测器上检测发现,蒜氨酸-OPA 衍生物峰的最大吸收波长依次为205、254、337 nm,但峰型和分离度最好的为337 nm,故选择337 nm为检测波长。

参考文献:

- [1] 王伟,乔旭光,李福伟. 高效液相色谱法测定大蒜中蒜氨酸含量[J]. 食品与发酵工业, 2006, 32(4): 115-118.
- [2] 常军民,向阳,美丽万,等. 蒜氨酸在大鼠的药代动力学研究[J]. 中成药, 2004, 26(3): 184-186.
- [3] 黄雪松,温丽儿,袁日安. 反相高压液相色谱法测定鲜蒜中的蒜氨酸[J]. 食品与发酵工业, 2005, 31(6): 106-109.
- [4] 徐洪霞. 蒜氨酸检测方法及其提取分离工艺研究[D]. 合肥:

合肥工业大学, 2004.

- [5] 常军民,向阳,张丽静,等. HPLC-MS测定小鼠血浆中蒜氨酸的浓度[J]. 新疆医科大学学报, 2003, 26(6): 534-536.
- [6] Arnault I, Christides J P, Mandon N, et al. High-performance pair chromatography method for simultaneous analysis of alliin, deoxyalliin, allicin and dipeptide precursors using multiple mass spectrometry and UV detection[J]. J Chromatogr A, 2003, 991: 69-75.
- [7] USP[S]. NF21. 2005.
- [8] 罗晓健,吴志鹏,黄璐琦,等. 氨基酸的柱前衍生高效液相色谱分析在中草药研究中的应用[J]. 中草药, 2005, 36(4): 630-632.

山茱萸不同生长期鞣质的动态积累研究

李 君,陈随清*

(河南中医学院药学院,河南 郑州 450008)

摘要:目的 研究山茱萸不同生长期鞣质的积累动态。方法 采用干酪素法测定不同生长期山茱萸中鞣质的量。结果 山茱萸中鞣质的量呈规律性变化,以青果时量较高。结论 为山茱萸规范化种植及药材的质量评价提供了一定的科学依据。

关键词:山茱萸;鞣质;动态积累

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)10-1574-02

山茱萸为山茱萸科植物山茱萸 *Cornus officinalis* Sieb. et Zucc. 的干燥果肉。该药始见于《神农本草经》,《中国药典》2005年版一部有收载,味酸、涩,微温,归肝肾经,有补益肝肾,涩精固脱的功效,主治眩晕耳鸣、腰酸膝痛、阳痿遗精、遗尿尿频、崩漏带下、大汗虚脱、内热消渴,是中医临床常用的抗衰老药物之一^[1]。山茱萸中含有多种成分,如有机酸类、环烯醚萜苷类、鞣质类、多糖类、氨基酸、维生素及矿物质元素等,鞣质类成分为其有效成分之一^[2]。本实验采用紫外-可见分光光度法结合干酪素法测定了不同产区、不同生长期山茱萸中鞣质的量。

1 仪器与试药

Aglient 8455 型紫外-可见分光光度计, HS6150D 超声提取仪(昆山市超声仪器有限公司), BS224S 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司)。山茱萸样品由河南西峡山茱萸GAP基地(河南宛西制药股份有限公司)、浙江临安山茱萸GAP基地(北京同仁堂浙江中药材有限公司)、陕西佛坪山茱萸GAP基地(汉中汉江山茱萸科技开发有限责任

公司)提供,经河南中医学院生药教研室陈随清教授鉴定为山茱萸科植物山茱萸 *C. officinalis* Sieb. et Zucc. 的果实。没食子酸对照品(中国药品生物制品检定所),干酪素(北京双旋微生物培养基制品厂),无水碳酸钠(天津市化学试剂三厂)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:精密称取没食子酸对照品 50 mg,置 100 mL 棕色量瓶中,加水稀释至刻度,精密量取 5 mL,置 50 mL 棕色量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得(没食子酸 0.05 mg/mL)。

2.2 供试品溶液的制备:取山茱萸粉末约 2 g,精密称定,置 250 mL 棕色量瓶中,加水 150 mL,放置过夜,超声处理 10 min,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,静置(使固体物沉淀),滤过,弃去初滤液 50 mL,精密量取续滤液 20 mL,置 100 mL 棕色量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 标准曲线的制备:精密量取对照品溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL,分别置 25 mL 棕色瓶中,各加入磷钼钨酸试液 1 mL,再分别加入 11.5、

收稿日期:2007-12-28

基金项目:科技部“十一五”科技支撑项目(2006BAI09B00-8)

作者简介:李 君(1983—),男,河南南阳人,现为河南中医学院生药专业 2005 硕士研究生,主要从事中药材规范化种植及质量标准的研究。

* 通讯作者 陈随清 Tel:(0371)65680002 E-mail:suiqingchen@sohu.com

11、10、9、8、7 mL,用29%碳酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,放置30 min,以相应的试剂为空白,照紫外-可见分光光度法在760 nm的波长处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=69.9041X-0.0057$, $r=0.9994$,表明没食子酸在0.025~0.25 mg线性关系良好。

2.4 精密性试验:精密量取没食子酸对照品溶液2.0 mL,置25 mL棕色量瓶中,加入磷钼钨酸试液1 mL,加水10 mL,用29%碳酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,放置30 min,以相应的试剂为空白,照紫外-可见分光光度法在760 nm的波长处测定吸光度,连续测定5次,结果吸光度RSD为0.29%。

2.5 稳定性试验:精密量取没食子酸对照品溶液2.0 mL,置25 mL棕色量瓶中,加入磷钼钨酸试液1 mL,加水10 mL,用29%碳酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,分别在5、10、15、30、45、60 min测定其吸光度,结果RSD为1.28%,表明溶液在60 min内基本稳定。

2.6 重现性试验:取山茱萸粉末5份,每份约2 g,精密称定,制备供试品溶液,进行分析,测定样品中鞣质的质量分数,RSD为0.64%。

2.7 加样回收率试验:取山茱萸粉末约1 g,精密称

定,分别加入5 mg的没食子酸对照品,制备供试品溶液,进行分光光度分析,依回归方程计算质量分数,结果平均回收率为97.56%,RSD为1.36%, $n=5$ 。

2.8 样品测定:分别称取产于河南西峡、浙江临安、陕西佛坪的不同生长期山茱萸样品各2 g,精密称定,按下列方法制备供试品溶液,按2.4项下方法进行分析,测定样品中鞣质的量。结果见表1。

总酚:精密量取供试品溶液2 mL,置25 mL棕色量瓶中,按标准曲线的制备项下的方法,自“加入磷钼钨酸试液1 mL”起,加水10 mL,依次测定吸光度,从回归方程中读出没食子酸的量,计算,即得。

不被吸附的多酚:精密量取供试品溶液25 mL,加至已盛有干酪素0.6 g的100 mL具塞锥形瓶中,密塞,置30℃水浴中保温1 h,时时振摇,取出,放冷,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液2 mL,置25 mL棕色量瓶中,按标准曲线的制备项下的方法,自“加入磷钼钨酸试液1 mL”起,加水10 mL,依次测定吸光度,从标准曲线中读出供试品溶液中没食子酸的量(mg),计算,即得。按下式计算鞣质的量。

鞣质=总酚量-不被吸附的多酚量

表1 不同产地山茱萸不同生长期鞣质的测定结果

Table 1 Content of tannin in different growth phases of *C. officinalis* from various habitats

产地	采收时间	鞣质/%	产地	采收时间	鞣质/%	产地	采收时间	鞣质/%
河南西峡	08-15	9.45	浙江临安	08-15	9.64	陕西佛坪	08-30	8.45
	08-30	7.41		08-30	8.29		09-15	4.01
	09-15	4.22		09-15	4.51		09-25	2.88
	09-25	3.10		09-25	3.70		10-05	1.56
	10-05	2.38		10-05	1.54		10-15	0.92
	10-15	1.07		10-15	0.77		10-25	0.53
	10-25	0.65		10-25	0.46			

3 讨论

3.1 以紫外-可见分光光度法结合干酪素法测定的结果表明,不同生长期、不同产地山茱萸鞣质的变化趋势是相同的,在青果时鞣质的量最高,随着山茱萸果实的成熟,鞣质量逐渐降低。不同产区的山茱萸在同一生长期鞣质的量存在差异,可能是因为山茱萸生长环境、温度、阳光等条件均不同所致。

3.2 紫外-可见分光光度法结合干酪素法测定山茱萸中鞣质的量与《中国药典》2000年版中皮粉法相比,具有样品取样量少,快速,灵敏等特点。但干酪素

中微量杂质的量常影响其准确性,故有学者建议在样品测定前应对相同生产厂家及相同批号的干酪素做空白试验以及干酪素对没食子酸的吸附试验^[3]。笔者为了实验结果的准确性,对试验用干酪素做了空白干扰试验和对没食子酸的吸附试验。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 陈随清,董诚明,章运典,等. 山茱萸栽培品种调查[J]. 中药材, 2002, 25(5): 305.
- [3] 宋光志,刘静,谢道刚,等. 鞣质含量测定法(中国药典2000年版一部)的替代法研究(一)[J]. 世界科学技术—中医药现代化, 2004, 6(6): 63-66.

山茱萸不同生长期鞣质的动态积累研究

作者：[李君](#)，[陈随清](#)
作者单位：[河南中医学院药学院, 河南, 郑州, 450008](#)
刊名：[中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39(10)
被引用次数：2次

参考文献(3条)

1. [中国药典\(一部\)](#) 2005
2. [陈随清](#); [董诚明](#); [章运典](#) [山茱萸栽培品种调查](#) [期刊论文]-[中药材](#) 2002(05)
3. [宋光志](#); [刘静](#); [谢道刚](#) [鞣质含量测定法\(中国药典2000年版一部\)的替代法研究\(一\)](#) [期刊论文]-[世界科学技术-中医药现代化](#) 2004(06)

本文读者也读过(10条)

1. [曹小勇](#). [江海](#). [李新生](#). [CAO Xiao-yong](#). [JIANG Hai](#). [LI Xin-sheng](#) 5个山茱萸果实样品中铜铁锰锌含量分析 [期刊论文]-[种子](#) 2007, 26(8)
2. [李君](#). [陈随清](#). [李雪菊](#). [LI Jun](#). [CHEN Sui-qing](#). [LI Xue-ju](#) 山茱萸不同生长期多糖含量的动态积累研究 [期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2009, 15(1)
3. [木麻黄鞣质提取工艺的初步研究](#) [期刊论文]-[海南医学院学报](#) 2009, 15(11)
4. [喻卫武](#). [黎章矩](#). [曾燕如](#). [戴文圣](#). [YU Wei-wu](#). [LI Zhang-ju](#). [ZENG Yan-ru](#). [DAI Wen-sheng](#) 山茱萸良种主要药用有效成分测定与质量评价 [期刊论文]-[浙江林学院学报](#) 2009, 26(2)
5. [赖飞蛾](#). [高雅](#). [张可锋](#) 不同产地火炭母总鞣质的含量测定 [期刊论文]-[安徽农业科学](#) 2009, 37(28)
6. [刘莹](#). [熊富良](#). [张雪琼](#). [肖刚](#) 叶下珠中鞣质的含量测定 [期刊论文]-[医药导报](#) 2007, 26(10)
7. [谭玲玲](#). [蔡霞](#). [胡正海](#). [TAN Ling-Ling](#). [CAI Xia](#). [HU Zheng-Hai](#) 狭叶柴胡各器官结构与其分泌道的分布规律 [期刊论文]-[广西植物](#) 2011, 31(1)
8. [戴建子](#). [张志豪](#). [唐蕾](#). [林婉贞](#). [叶毅芳](#) 山茱萸化学成分及药理作用研究进展 [期刊论文]-[中国药业](#) 2006, 15(2)
9. [张文叶](#). [王建民](#). [李光照](#). [ZHANG Wen-ye](#). [WANG Jian-min](#). [LI Guang-zhao](#) 不同加工方法对山茱萸酒香气成分的影响 [期刊论文]-[食品研究与开发](#) 2008, 29(9)
10. [钟华玉](#). [张勉](#). [戴岳](#). [张朝凤](#). [ZHONG Hua-yu](#). [ZHANG Mian](#). [DAI Yue](#). [ZHANG Chao-feng](#) 大黄和生首乌鞣质含量对小鼠小肠推进的影响 [期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2006, 17(12)

引证文献(2条)

1. [吴卫刚](#). [杜家方](#). [孙耀志](#). [李娟](#). [马玉华](#). [张重义](#) 山茱萸果实的形成及其温度效应研究 [期刊论文]-[中国现代中药](#) 2010(11)
2. [李丹青](#). [冀玉良](#). [刘邻渭](#) 山茱萸有效成分与影响因素的研究综述 [期刊论文]-[商洛学院学报](#) 2011(4)

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200810042.aspx