

- (15): 43-46.
- [8] 郝再彬, 苍晶, 徐仲. 植物生理实验 [M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2004.
- [9] 杨鹏, 郑晓军, 孙毅, 等. 枣树茎尖脱毒培养过程中的

- 细胞显微结构和 3 种保护酶活性的变化 [J]. 植物生理学通讯, 2002, 38(4): 321-323.
- [10] 余叔文, 汤章城. 植物生理与分子生物学 [M]. 北京: 科学出版社, 1999.

## 栽培黄芩中黄酮类成分的动态积累研究

张媛, 宋双红, 王喆\*

(陕西师范大学生命科学院 教育部药用植物资源与天然药物化学重点实验室, 陕西 西安 710062)

**摘要:**目的 对陕西商洛地区栽培黄芩根部黄酮类成分的积累进行了动态分析, 从质量和产量兼顾的观点出发确定该药材的最佳采收期。方法 采用反相高效液相色谱法, 测定了不同生长年限和同一生长年限不同采收时间栽培黄芩根部 3 种主要黄酮类成分(黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素)的量。结果 不同生长年限及采收时期黄芩样品的产量及其有效成分的量均在第二年 10 月下旬达到最高。结论 陕西商洛栽培黄芩的最佳采收时期应为栽培后第二年 10 月和 11 月。

**关键词:**黄芩; 黄芩苷; 黄芩素; 汉黄芩素; 生长期; 高效液相色谱

**中图分类号:** R282.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 0253-2670(2009)09-1478-03

黄芩为常用中药,《中国药典》2005 年版收载的黄芩为唇形科黄芩属多年生草本植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根, 其性寒味苦, 具有清热解毒、抗炎、利胆、降压、利尿、抗变态反应等多方面的作用<sup>[1]</sup>。近年来随着国际上对黄芩研究的逐步深入, 认为其主要药效成分黄酮类物质在清除氧自由基、减轻组织的缺血再灌注损伤、调节免疫、促进细胞凋亡以及抗肿瘤、抑制人类免疫缺陷病毒(HIV-1)和 T 细胞白血病病毒(HTLV-1)等方面均有作用<sup>[2-7]</sup>。目前从黄芩中提取并鉴定出结构的黄酮类物质已有几十种, 其中量较高的成分有黄芩苷(baicalin)、汉黄芩苷(wogonoside)、黄芩素(baicalin)、汉黄芩素(wogonin)等<sup>[2]</sup>。

随着黄芩制剂品种的不断增多, 野生黄芩已远远不能满足大批量工业化生产的需要, 唯有以人工栽培的方式加以解决。不同的采收时间直接影响着药材的品质、产量以及资源的合理保护与开发利用。有关栽培黄芩采收期的报道, 徐峰等<sup>[8]</sup>认为最适宜在第二年早春萌芽前; 张淑兰等<sup>[9]</sup>发现黑龙江省西部地区的栽培黄芩的最佳收获期在第一年秋季或第二年春季; 杜连恩<sup>[10]</sup>等发现河北栽培黄芩在 10 月下旬霜降前后收获为宜。从质量和产量兼顾的观点出发, 以黄芩中 3 种主要黄酮类物质(黄芩苷、黄芩

素和汉黄芩素)的量为综合指标, 采用反相高效液相色谱法测定了不同生长年限及同一生长年限不同采收时间栽培黄芩的有效成分的量, 并结合其产量总结其变化规律, 为该地区黄芩药材合理采收时期的确定提供理论参考。

### 1 材料与方法

1.1 实验材料: 不同生长期栽培黄芩采自陕西省商洛地区黄芩 GAP 种植基地, 经陕西师范大学生命科学院植物分类教研室田先华教授鉴定为唇形科黄芩属植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根。

1.2 仪器与试剂: Shimadzu LC-2010 高效液相色谱仪(包括自动进样器、紫外检测器、串联双柱塞式泵、LC Solution 色谱工作站等); MILLIFQ 超纯水仪; 全自动电子天平; 甲醇、乙腈、冰醋酸(天津市科密欧化学试剂开发中心)为色谱纯, 乙醇(西安化学试剂厂)、氯仿(天津市天大化工实验厂)为分析纯; 黄芩苷(批号 110715-200212)和汉黄芩素(批号 1514-20001)购自中国药品生物制品检定所; 黄芩素(批号 465119)购自美国 Sigma 公司。

1.3 色谱条件: 色谱条件及方法学考察参照本研究室前期研究结果<sup>[11]</sup>。色谱柱为 Shimadzu C<sub>18</sub> (150 mm × 4.6 mm); 测定苷类物质(黄芩苷)的流动相为

\* 收稿日期: 2008-12-18

基金项目: 国家“十一五”科技支撑计划(2006BAI06A15-10); 陕西师范大学研究生创新基金(2008CXB014)

作者简介: 张媛(1983—), 女, 甘肃省天水市人, 在读博士, 主要研究方向为药用植物成分分析及活性评价。 Tel: (029) 85310281

E-mail: zyuans830203@yahoo.com.cn

\* 通讯作者 王喆 Tel: (029) 85310260 E-mail: zzwang@snnv.edu.cn

甲醇-水-冰醋酸(47 53 0.2),检测波长 280 nm,体积流量 1.0 mL/min,柱温 25 ;测定苷元类物质(黄芩素和汉黄芩素)的流动相为甲醇-乙腈-0.4%冰醋酸水溶液(30 20 50),检测波长 275 nm,体积流量:1.0 mL/min,柱温 40 ;供试样品及对照品溶液进样量均为 10 μL。

1.4 样品的处理方法:从 2004 年 9 月至 2005 年 1 月,按研究内容和月份间隔在同一地“梅花”取样。用于测定的样品,在 30 干燥至恒重,去除残茎,抖净泥土杂质,再用毛刷刷掉根表面的微尘,粉碎机粉碎,过 40 目筛后置干燥器中备用。

1.5 对照品溶液制备:精密称取黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素对照品适量,分别加甲醇配制成 0.06、0.10、0.10 mg/mL 的溶液,摇匀并使其充分溶解,0.22 μm 的微孔滤膜滤过后即为对照品溶液。

1.6 供试样品溶液制备:供试样品溶液制备方法参照本研究室前期研究结果<sup>[11]</sup>。

1.6.1 黄芩苷定量测定的供试样品溶液制备:精密称定 60 干燥至恒重的样品粉末 0.30 g,置 100 mL 圆底烧瓶中,加 70%乙醇 50 mL,加热回流 3 h,抽滤,滤液置 100 mL 量瓶中,用少量 70%乙醇分次洗涤容器和残渣,洗液滤入同一量瓶中,加 70%乙醇定容并摇匀。精密量取 1 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,过 0.22 μm 微孔滤膜,即得用于黄芩苷测定的供试样品溶液。

1.6.2 黄芩素和汉黄芩素定量测定的供试样品溶液制备:精密称定上述样品粉末 0.30 g,置索氏提取器中,用三氯甲烷回流 3 h,冷却至室温后挥干溶剂。滤渣用甲醇分次溶解,并入 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,过 0.22 μm 微孔滤膜,摇匀,即得用于黄芩素和汉黄芩素测定的供试样品溶液。

1.7 二年生栽培黄芩不同生长期产量测定:在地力、栽培、管理方法均相同的情况下,对陕西商洛二年生不同生长期黄芩按每平方米产量进行比对试验,每个时期分别取 5m<sup>2</sup> 黄芩样品,混匀,去除残茎,抖净泥土杂质,称量鲜根质量。样品干燥至恒重后称量干质量。分别记录鲜质量、干质量,并计算折干率。

## 2 结果

《中国药典》2005 年版黄芩以黄芩苷的量作为药材质量评价的依据,规定原药材中黄芩苷的量不少于 9.0%。本实验中所采集药材均达到《中国药典》规定标准。

2.1 不同采收年限样品的有效成分量的变化:结果

见表 1,二年生黄芩中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素的量均高于其他生长年限。这是因为在生长的第 1 年,黄芩地下部分尚未发育完全,块根产量较低,且以初级代谢为主,次级代谢产物量较少;第 2 年和第 3 年栽培黄芩的有效成分的量相当,第 2 年 10 月以后增长趋势不再明显;到了第 4 年,地下根部已开始干朽,药材有效成分的量呈下降趋势。考虑到土地的合理利用,应在第 2 年采收为宜。

表 1 不同生长年限黄芩中黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素的量(n=3)

Table 1 Contents of baicalin, baibalein, and wogonin in *S. baicalensis* at different ages (n=3)

年限	黄芩苷/ %	黄芩素/ %	汉黄芩素/ %
一年生	1.431	0.015	0.014
二年生	10.842	0.066	0.028
三年生	11.812	0.064	0.022
四年生	7.861	0.074	0.026

2.2 二年生栽培黄芩不同采收时期黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素量的变化:结果见表 2,二年生的黄芩根中苷元类物质(黄芩素和汉黄芩素)在 9 月下旬达到最高值,而苷类物质(黄芩苷)以 10 月下旬的量最高。在黄酮类物质的代谢途径中,存在着由苷元经葡萄糖转移酶作用向苷类转变的过程,因此苷元类物质较苷类物质更早地达到峰值。由于黄芩中主要药用成分为黄芩苷,并且其量远大于黄芩素和汉黄芩素,应在黄芩苷的量积累的最高期即 10 月下旬作为采收依据。

表 2 不同生长期黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素的量(n=3)

Table 2 Contents of baicalin, baibalein, and wogonin in *S. baicalensis* in different growth periods (n=3)

采收日期/月-日	黄芩苷/ %	黄芩素/ %	汉黄芩素/ %
09-12	9.641	0.099	0.067
09-27	9.474	0.284	0.117
10-12	9.623	0.057	0.043
10-27	10.842	0.066	0.028
11-19	9.722	0.030	0.027
11-30	9.203	0.033	0.045
12-05	9.631	0.034	0.031
01-06	9.021	0.032	0.032

2.3 二年生栽培黄芩不同生长时期干根质量、鲜根质量和折干率:见表 3。

## 3 讨论

比较表 2、表 3 的结果可以看出,二年生栽培黄芩的有效成分的量以 10 月中旬至 11 月中下旬较高,与折干率的变化趋势基本相符,这可能与当地气候

表 3 不同生长期黄芩的干根质量、鲜根质量和折干率  
Table 3 Weight of dry root, fresh root, and ratio of S  
baicalensis in different growth periods

采收日期/月-日	鲜根质量/g	干根质量/g	折干率/%
09-12	602.3	319.2	53
09-27	596.7	310.3	52
10-12	632.9	348.1	55
10-27	665.3	385.9	58
11-19	629.8	346.4	55
11-30	586.4	304.9	52
12-05	572.4	257.6	45
01-06	554.9	244.2	44

条件及次生代谢产物的合成和积累规律有一定的内在联系。从产量和 3 种黄酮类成分的量两方面因素综合考虑,认为陕西商洛地区栽培黄芩的最佳采收时期应为栽培后第二年的 10 月和 11 月。

中药的药效为多成分协同作用的结果,这已成为共识。而在现有的多数文献中,仅以单一的化学成分黄芩苷为指标来评价黄芩药材质量,具有其局限性。本实验以黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素 3 个指标综合反映药材有效成分的量并总结其内在规律,

能更科学地反映药材综合质量。

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 2005.
- [2] Kovács G, Kuzovkina I N, Szöke E, et al. HPLC Determination of flavonoids in hairy-root cultures of *Scutellaria baicalensis* Georgi [J]. *Chromatogr Supple*, 2004, 60(1): 81-85.
- [3] 李林, 曾耀英, 黄秀艳, 等. 黄芩苷对不同刺激剂诱导的小鼠 T 淋巴细胞体外活化的影响 [J]. *中草药*, 2008, 39(8): 1188-1191.
- [4] 张喜平, 田华, 程琪辉. 黄芩苷的药理作用研究现状 [J]. *中国药理学通报*, 2003, 19(11): 1212-1215.
- [5] Li H B, Jiang Y, Chen F. Separation methods used for *Scutellaria baicalensis* active components [J]. *J Chromatogr B*, 2004, 812(1-2): 277-290.
- [6] 朱陵群, 李伟华, 王硕仁, 等. 黄芩苷对神经细胞缺氧糖-再灌注损伤的保护作用 [J]. *中草药*, 2007, 38(2): 238-241.
- [7] 梁英, 韩鲁佳. 黄芩中黄酮类化合物药理学作用研究进展 [J]. *中国农业大学学报*, 2003, 8(6): 9-14.
- [8] 徐峰, 闫龙民, 车勇. 黄芩的高产栽培技术 [J]. *时珍国医国药*, 2000, 11(5): 464.
- [9] 张淑兰, 吴维凤, 辛玉霞. 黄芩高产栽培技术 [J]. *中国农村小康科技*, 2005, 4: 38-39.
- [10] 杜连恩. 水浇地黄芩生育规律及栽培技术的研究 [J]. *衡水师专学报*, 2002, 4(4): 59.
- [11] 宋双红, 张媛, 王喆之. HPLC 测定不同产地黄芩中黄酮类化合物的含量 [J]. *中国中药杂志*, 2006, 31(7): 598-600.

## 生长期巫山淫羊藿不同部位 5 种黄酮类成分的动态积累研究

谢娟平<sup>1</sup>, 孙文基<sup>2\*</sup>

(1. 安康学院 化学化工系, 陕西 安康 725000; 2. 西北大学  
陕西省生物医药重点实验室, 陕西 西安 710069)

**摘要:**目的 研究生长期巫山淫羊藿根、茎、叶中 5 种黄酮类成分朝藿定 C、双藿苷 A、淫羊藿苷、淫羊藿属苷 A 和淫羊藿属苷 C 的量, 揭示几种活性成分的动态积累规律。方法 采用 RP-HPLC 方法, 以美国 Waters Sunfire™-C<sub>18</sub> 为色谱柱(带预柱), 检测波长 270 nm, 流动相为乙腈-水, 梯度洗脱, 体积流量为 1 mL/min。结果 在 20 min 内分离测定了 5 种异戊烯基黄酮, 得到了这 5 种异戊烯基黄酮在生长期巫山淫羊藿不同部位中的分布积累规律。发现巫山淫羊藿不同部位中双藿苷 A 的量分别为: 根 1.090% ~ 3.661%, 茎 0.001% ~ 0.033%, 叶 0.095% ~ 0.217%; 淫羊藿属苷 A 的量分别为: 根 0.177% ~ 0.971%, 茎 0.010% ~ 0.089%, 叶 0.089% ~ 0.323%; 朝藿定 C 的量分别为: 根 0.223% ~ 0.748%, 茎 0.024% ~ 0.147%, 叶 0.905% ~ 2.228%; 淫羊藿苷的量分别为: 根 0.009% ~ 0.128%, 茎 0.003% ~ 0.044%, 叶 0.258% ~ 0.929%; 淫羊藿属苷 C 的量分别为: 根 0.080% ~ 1.857%, 茎 0.002% ~ 0.022%, 叶 0.004% ~ 0.058%。结论 巫山淫羊藿叶中淫羊藿苷除 4、5、7 月份外, 其余月份的量都低于 0.5%, 而朝藿定 C 的量平均在 1.586%。巫山淫羊藿叶在其生长的任何月份都是朝藿定 C 的量远大于淫羊藿苷的量, 积累高峰期有 3 个, 朝藿定 C 是巫山淫羊藿叶中的主要成分。巫山淫羊藿根在其生长的任何月份都是双藿苷 A 的量远大于朝藿定 C 的量, 质量分数平均在 2.763%, 双藿苷 A 为巫山淫羊藿根中的主要成分。

**关键词:** 巫山淫羊藿; 异戊烯基黄酮; 动态积累; 不同部位; 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(2009)09-1480-04

\* 收稿日期: 2008-11-12

基金项目: 安康学院高层次人才启动经费资助项目(A YQDZR200801)

作者简介: 谢娟平(1972—), 女, 陕西宝鸡人, 硕士, 讲师, 研究方向为天然产物有效成分分离分析与开发, 已发表论文多篇。

Tel: 13359155713 E-mail: xjp\_731205@163.com