

HPLC 法测定不同产地五味子种子中 3 种木脂素类含量

★ 栗爽 王冰 (辽宁中医药大学药学院植物教研室 大连 116600)

摘要目的:测定 6 个产地五味子种子中 3 种木脂素类的含量。**方法:**采用高效液相色谱法,色谱柱:Agilent TC-C18(4.615 0 mm);流动相:甲醇-水(70:30);检测波长:250 nm;流速:1 ml/min;室温:25 ℃。**结果:**1 号千山野生五味子种子中 3 种木脂素类总含量 4.103 1%;2 号吉林抚松五味子种子中 3 种木脂素类总含量 2.080 5%;3 号辽宁海城五味子种子中 3 种木脂素类总含量 2.508 9%;4 号辽宁凤城五味子种子中 3 种木脂素类总含量 2.572 2%;5 号黑龙江五味子种子中 3 种木脂素类总含量 1.668 3%;6 号辽宁白色五味子种子中 3 种木脂素类总含量 2.249 9%。**结论:**1 号千山野生五味子种子中 3 种木脂素类总含量最高。而在栽培品种中 4 号辽宁凤城五味子种子中 3 种木脂素类总含量最高。

关键词:五味子;五味子种子;五味子醇甲;五味子甲素;五味子乙素;高效液相色谱法

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

五味子为木兰科植物五味子 *Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill 的干燥成熟果实,习称“北五味子”,具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心之效。目前,五味子药材及成药一般以五味子醇甲或五味子乙素为测定指标^[1],现代研究证明,五味子的木脂素类是其抗肝脏损伤、抗氧化等作用的主要成分^[2]。随着对五味子功效不断的研究,五味子还被广泛用于保健品、食品、饮料等许多行业。近些年市场需求连年大幅攀升,由于野生资源的日渐减少,已不能满足市场需要,近几年在东北地区已有大面积人工栽培五味子。本实验从含量测定方面,对东北地区五味子质量进行比较研究,为五味子的品种选育和种植提供依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪,VWD 检测器(G1314A),四元泵(G1311A)(美国 Agilent 公司),色谱柱:Agilent TC-C18(4.6×150 mm);电子天平(瑞士 Mettler Toledo AG285、AE240);KQ-250 型超声清洗器(昆山超声仪器有限公司)。

1.2 试剂 甲醇为色谱纯和分析纯,重蒸馏水。

1.3 对照品 五味子醇甲(110857-200507)、五味子甲素(110764-200408)、五味子乙素(765-200104)(均购自中国药品生物制品检定所)。

1.4 实验材料 五味子成熟干燥果实由辽宁省凤城和海城等提供。

2 实验方法

2.1 色谱条件 色谱柱:Agilent TC-C₁₈(4.6×150 mm);流动相:甲醇-水(70:30);检测波长:250 nm;流速:1 ml/分钟;室温:25 ℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒重的五味子醇甲、五味子甲素、乙素对照品置 25 ml 容量瓶中,加甲醇约 23 ml 溶解,超声 20 min,放冷,加甲醇至刻度,配制成一定浓度的标准品溶液。

2.3 供试品制备 取不同产地五味子种子样品粉末(60 目)约 0.25 g,精密称定,置 25 ml 容量瓶中,加甲醇约 23 ml,超声 20 分钟,取出,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,滤过。滤液作为供试品溶液。

3 含量测定

精密吸取五味子种子样品溶液 10 μl,按前述色谱条件进样分析,测定色谱峰面积,用外标一点法计算,测定结果见表 1。

表 1 不同产地五味子种子中木脂素类的含量(%)

产地	五味子醇甲	五味子甲素	五味子乙素	3 种木脂素类总含量
1 号辽宁千山野生	1.875 0	0.798 2	1.429 9	4.103 1
2 号吉林抚松县	1.015 2	0.243 7	0.821 6	2.080 5
3 号辽宁海城	1.060 8	0.724 6	0.723 5	2.508 9
4 号辽宁凤城	1.135 8	0.639 6	0.796 8	2.572 2
5 号黑龙江	0.853 8	0.348 2	0.466 3	1.668 3
6 号辽宁凤城白色	0.845 1	0.262 8	1.142	2.249 9

4 讨论

2005 版药典规定五味子醇甲(C₂₄H₃₂O₇)含量不得少于 0.40%,从实验结果可见:不同产地药材中五味子醇甲含量参差不齐,且与其他 2 种木脂素无相关性,故应考虑对多个成分定量分析,以便更全

川黄柏中盐酸小檗碱的超声提取工艺研究

★ 施群¹ 施淑琴² (1. 浙江省金华中心医院 金华 321000; 2. 浙江省金华职业技术学院医学院 金华 321007)

摘要:目的:优选川黄柏中盐酸小檗碱的超声提取最佳工艺。方法:采用超声提取法,以盐酸小檗碱含量作为考察指标,以饱和石灰水为溶媒,通过正交试验设计考察超声频率、溶媒倍数、提取次数、提取时间等因素对盐酸小檗碱提出率的影响。结果:川黄柏中盐酸小檗碱最佳超声提取工艺为: $A_3B_3C_1D_1$,即加药材 30 倍量的饱和石灰水,60 kHz 超声提取 3 次,20 min/次,其提取率最高。结论:超声波提取工艺简单,提取率高,可用于工业化大生产。

关键词:川黄柏;盐酸小檗碱;超声波提取

中图分类号:R 284.2 **文献标识码:**B

黄柏为芸香植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 或黄檗 *Phellodendron amurense* Rupr. 的干燥树皮。前者习称“川黄柏”,后者习称“关黄柏”,为临床常用中药之一,具有清热燥湿、泻火解毒、退虚热之功效^[1]。其主要成分为盐酸小檗碱,本实验采用紫外分光光度法(UV 法)测定盐酸小檗碱含量为指标,以石灰水作为提取溶媒,通过正交试验设计考察超声频率、溶媒倍数、提取次数、提取时间等因素对盐酸小檗碱提出率的影响,优选川黄柏中盐酸小檗碱的超声提取工艺。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 FA1004N(上海民桥精密仪器有限公司),CQ-20-36 型超声波清洗器(上海市弘兴超声电子仪器有限公司制造),UV-240 紫外分光光度计(日本岛津)。

1.2 试剂和药材 盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号:0753-200011);川黄柏(华东医药公司,产地为四川,经浙江省金华职业技术学院

施淑琴讲师鉴定为 *Phellodendron chinense* Schneid., 且符合中国 2000 年药典版黄柏项下规定),实验前将川黄柏皮加工成最粗粉,60 ℃ 烘 24 h,置干燥器备用。所用试剂均为分析纯。

2 方法和结果

2.1 盐酸小檗碱的含量测定

2.1.1 标准品液和供试液的制备 取置五氧化二磷真空干燥器干燥至恒重的盐酸小檗碱对照品 5.0 mg,加水定容于 100 ml 容量瓶中,摇匀,即得浓度为 50 μg/ml 的盐酸小檗碱标准品储备液,备用。

精密称取川黄柏药材粉末 5.0 g 9 份,装入具塞三角烧瓶中,超声提取,合并滤液,浓缩,置 100 ml 容量瓶,加水定容。量取所得样品液 1 ml 置 100 ml 容量瓶中,加水定容,摇匀,即得供试液。

2.1.2 标准曲线的制作^[1] 精密吸取盐酸小檗碱储备液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ml 于 25 ml 容量瓶中,用蒸馏水作空白,在 345 nm 波长处分别测得吸光度。用最小二乘法经线性回归,得盐酸小檗碱

面地反映药材的质量。

野生品种木脂素含量均高于栽培品种,在种植过程中可查考一些自然生态因素。在栽培品种中 4 号样品醇甲含量最高,且 3 种木脂素类总含量高于其他栽培品种,3 号样品甲素含量最高,6 号样品乙素含量最高。从药材外观性状来看,辽宁凤城栽培的五味子个大、饱满、色润有油性,而千山野生五味子大小不一,无光泽,品相较差。不同产地的五味子由于地理环境的差异,对五味子有效物质的产生和积累会产生一定的影响。但这种差异的表现是否明

显,还需要多种因素综合分析,不能仅凭一种指标来衡量,因为影响道地性和品质的因素还是有很多。

综上所述,野生品种的质量优异,不同产地的北五味子种子中木脂素类含量有一定的差异。因此需建立统一的药材质量标准。

参考文献

- [1]李毓群. 反相 HPLC 测定五味丸中五味子醇甲的含量[J]. 中国中药杂志,2006,31(11):938-939.
- [2]李晓光,高勤,翁文,等. 五味子有效部位及其药理作用研究进展[J]. 中药材,2005,28(2):156-159.

(收稿日期:2008-09-25 责任编辑:蒋力生)