

白术区别苍术的特征性成分的研究*

★ 何结炜 何明珍 胡子帆 王少军 王跃生 杨世林** (中药固体制剂制造技术国家工程研究中心
南昌 330006)

摘要:目的:寻找白术区别于苍术的特征性成分。方法:采用反相高效液相色谱法(RP-HPLC),对白术及苍术的甲醇提取液进行分析。色谱柱:Hypersil ODS C₁₈柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-水(60:40);流速:1.0 ml·min⁻¹;检测波长:220 nm。结论:白术内酯 I、白术内酯 II 和白术内酯 III 为白术区别于苍术的特征性成分,可用 RP-HPLC 法进行特征性成分分析,鉴别二者。

关键词:白术;苍术;鉴定;反相高效液相色谱法

中图分类号:R 285.2 **文献标识码:**A

Study on the Characteristic Chemical Components between Rhizoma atractylodis macrocephalae and Rhizoma atractylodis

HE Jie-wei, HE Ming-zhen, HU Zi-fan, WANG Shao-jun, WANG Yue-sheng, YANG Shi-lin

National Pharmaceutical Engineering Center for Solid Preparation in Chinese Herbal Medicine, Nanchang 330006

Abstract: Object: To search the characteristic chemical components of rhizoma atractylodis macrocephalae distinguished from rhizoma atractylodis. Methods: To analyse the methanol extracts of rhizoma atractylodis macrocephalae and rhizoma atractylodis by RP-HPLC. Chromatographic column: Hypersil ODS C₁₈ column(250 mm×4.6 mm,5 μm); Mobile phase: methanol-water (volume ratio 60:40), Flow rate:1.0ml·min⁻¹; UV detection wavelength: 220nm Conclusion: Atractylenolide I , Atractylenolide II and Atractylenolide III are the characteristic chemical components of atractyloides marocephala distinguished from atractyloides, the method of RP-HPLC can be used to distinguishing that.

Key words: Rhizoma atractylodis macrocephalae ; Rhizoma atractylodis; Appraisal; RP-HPLC

苍术、白术都是临幊上重要的常用中药。现代一般认为苍术药性苦烈雄厚,白术甘润;苍术燥湿,功兼里外,白术燥湿,侧重于里;苍术健脾,主要在于燥湿,白术健脾,关键在补中;临幊上湿盛证实,多用苍术,而脾弱证虚以及补益之剂中又多用白术^[1]。本文从化学成分的角度,通过 HPLC 对白术、苍术的成分进行分析,寻找白术区别于苍术的特征性成分,以便鉴别白术与苍术,更好控制两药的质量。

1 仪器、试剂及药材

Agilent1100 型液相色谱仪,DAD 检测器,含在线真空脱气机、四元梯样泵、柱温箱;Agilent1100 化学工作站;超声波清洗仪。甲醇为色谱纯,水为超纯水。对照品自制(分别经¹³C-NMR、¹H-NMR、MS 等鉴定,经面积归一化法检测含量为 98.5% 以上);白

术药材购自浙江、安徽、四川、湖南、福建等地,苍术药材购自广西、内蒙、辽宁、山西等,均经江西中医药大学龚千锋教授鉴定为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz 的干燥根茎、菊科植物苍术 *Atractylodes chinensis* (DC.) Koidz 的干燥根茎。

2 色谱条件^[2]

Hypersil ODS C₁₈柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);柱温:30 ℃。流动相:甲醇-水(60:40),流速:1.0 ml·min⁻¹;进样量:10 μl;检测波长:220 nm。理论板数以白术内酯 I 计,不低于 3 000。

3 方法和结果

3.1 供试品溶液的制备 称取不同产地的白术及苍术药材粗粉各约 0.5 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 10 ml,称定重量。超声提取 15min,提取 2

* 基金项目:江西省科技厅中小企业创新基金项目(04C2621360123400)

** 通讯作者:杨世林,教授,博士生导师。Tel:0791-7119632; Email:hejw12@163.com

次,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,离心5 min($4\ 000r\cdot min^{-1}$),上清液过 $0.45\ \mu m$ 微孔滤膜后,作为供试品溶液。

3.2 对照品溶液的制备 称取白术内酯I、白术内酯II及白术内酯III对照品适量,分别加甲醇溶解,配制成含白术内酯I $0.224\ mg\cdot ml^{-1}$ 、白术内酯II $0.028\ mg\cdot ml^{-1}$ 和白术内酯III $0.034\ mg\cdot ml^{-1}$ 的对

照品溶液。

3.3 样品分析 按以上色谱条件,分别对白术、苍术及对照品进行HPLC分析。实验结果表明,图谱直观对比可看出在6~15min之间,苍术样品中无白术内酯I、II、III色谱峰。

对照品与不同产地白术和苍术样品色谱图在6~15min之间的各色谱峰保留时间(tR)见表1。

表1 对照品与样品在6~15min之间各色谱峰保留时间

样品或对照品	色谱峰序号	各色谱峰保留时间/min								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
白术	浙江	6.56	8.744	10.329	11.222		12.001	12.765	14.597	14.913
	安徽	6.49	8.702	10.31	11.195	11.314	11.892	12.738	14.585	14.876
	四川	6.594	8.792	10.346	11.253	11.464	12.047	12.781	14.61	14.953
	广西	6.631	9.253					13.149		
	内蒙古	6.431	8.012					13.238		
	辽宁	6.435	8.082					13.189		
白术内酯I									14.602	
白术内酯II							12.762			
白术内酯III				10.332						

注:表中样品保留时间处理方法:重复进样2次,计算其平均值。

上述结果表明不同产地的白术在白术内酯I、II、III色谱峰对应的保留时间 $t_{R1}=10.329\ min$ 、 $t_{R2}=12.765\ min$ 、 $t_{R3}=14.597\ min$ 处或邻近均有色谱峰,而不同产地的苍术则无相应色谱峰。因此认为,白术内酯I、II、III可作为白术区别于苍术特征性成分。

此外,药理研究表明,白术内酯I、II、III与白术的主要功效相一致,故可以认为其是白术的特征性成分。

4 讨论

对比白术、苍术在同一色谱条件下,在 $t_R=21.29\ min$ 白术有一较强色谱峰,而苍术未见此处有明显色谱峰;此色谱峰亦可作为白术的特征性成分,但结构未知。 $t_R=31.61\ min$ 苍术有一比较强的色谱峰,亦可作为苍术的一特征成分。但该成分为

未知成分,有待分离鉴定。

试验曾在甲醇-水(75:25;80:20)、乙腈-水(60:40)等不同流动相下对白术和苍术样品进行分析,结果发现甲醇-水(60:40)基线平直,分离效果最佳。

提取溶剂、提取方法和提取时间与次数不同对白术特征性成分的提取效果不一样,曾试验比较了甲醇、95%乙醇、乙酸乙酸、氯仿等;超声提取、索氏回流提取等;结果表明用甲醇超声提取2次效果最佳,且操作简便。

参考文献

- [1]甘肃省博物馆等编.武威汉代医简[M].北京:北京文物出版社,1975
- [2]李伟.白术的质量标准研究 I-HPLC法测定2种白术内酯的含量[J].药物分析杂志,2001,21(3):94

(收稿日期:2007-12-29)

《江西中医药》征订启事

《江西中医药》创刊于1951年,是新中国创办最早的中医药杂志,也是第一批进入中文核心期刊的中国医药类核心期刊,并被多家知名权威检索期刊及数据库确定为固定信息源。五十多年来,《江西中医药》发表了数以万计的优秀论文,一大批中医药学者就是从这里走向成功、走向成名的。21世纪,《江西中医药》迎来了更大的发展机遇,2002年评为华东地区优秀期刊、江西省优秀期刊,2004年评为全国高校优秀期刊。2003年成功改为月刊,赢得了更多读者的青睐。本着“面向临床,面向基层,坚持传统,注重实用”的办刊思路,我们进一步充实内容,调整栏目,使文章更具可读性、实用性、信息性,以满足读者的需要。

《江西中医药》(ISSN 0411-9584,CN 36-1095/R)为月刊,国内外公开发行。国内邮发代号为44-5,国外代号为BM1012。每期定价:4.80元。