

不同产地甘松挥发油及浸出物的含量测定

张宇霞^{1,2}, 冯世震^{1*}, 冯海生¹

(1. 中国科学院西北高原生物研究所, 青海 西宁 810008; 2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: 目的 测定对比不同产地甘松中的挥发油及浸出物含量, 为控制甘松药材的质量提供理论依据。方法 参考《中国药典》附录中挥发油及浸出物测定方法。结果 不同产地和不同采收期甘松挥发油含量存在差异, 体积分数范围为 2.0 ~ 5.2% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$); 采用稀乙醇作溶剂、热浸法的浸出物含量最高, 且不同产地甘松浸出物含量也存在差异, 含量范围为 14.2% ~ 37.7%。结论 不同产地和不同采收期甘松中挥发油和浸出物含量差异较大, 浸出物含量可以作为评价甘松药材质量的指标之一, 该研究为完善甘松药材质量标准提供了一定的科学依据。

关键词: 甘松; 挥发油; 浸出物; 含量对比

DOI 标识: doi: 10.3969/j.issn.1008-0805.2015.02.024

中图分类号: R284.2 文献标识码: A 文章编号: 1008-0805(2015)02-0318-02

甘松 *Nardostachys chinensis* Batal. 为败酱科甘松属植物的一种, 主要生长在海拔 3200 ~ 3800m 的高山草原和高寒草甸地区, 以其根及根茎入药, 是一种传统的中藏药材。甘松的药用历史悠久, 具有理气止痛、开郁醒脾的功能, 可用于治疗脘腹胀痛、头痛、瘕病、胃痛及脚气等病症^[1]。甘松化学成分的研究目前已有报道, 包括多糖、有机酸、黄酮类、萜类、挥发油等^[2-4], 主要成分是萜类和挥发油, 具有抗心律失常、影响黑斑产生、保护神经元、诱导神经干细胞选择性表达等药理作用^[5-8]。目前甘松质量标准还不够完善, 且甘松浸出物含量未见报道, 本文对不同产地及不同采收期的甘松浸出物含量进行测定, 分析比较野生甘松和栽培甘松的含量差异, 可以为完善甘松药材质量标准提供实验依据; 同时, 本文将测定不同产地及不同采收期的甘松挥发油含量, 为确定甘松最佳采收期提供依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器与试剂 FZ102 型植物粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司); 挥发油提取器(上海玻璃仪器厂); MH-1000 型调温型电热套(北京科伟永兴仪器有限公司); ESJ182-4 型电子天平(沈阳龙腾电子有限公司); 超纯水为实验室自制, 乙醇、甲醇、正丁醇均为分析纯(天津市百世化工有限公司)。

1.2 样品 本文所用样品均经中国科学院西北高原生物研究所卢学峰教授鉴定为甘松 *Nardostachys chinensis* Batal. , 甘松样品信息见表 1。第 1~4 批栽培甘松来自青海省大通县宝库药材基地, 海拔为 2 600 m, 引种种源为青海省玉树藏族自治州巴塘乡野生种源, 栽培种源为第 2 代自繁种源; 第 5、6 批野生甘松来自青海省玉树藏族自治州巴塘乡, 海拔为 3 800 m; 第 7、8 批市售甘松购自西宁市八一路药材市场, 采集地区为四川省甘孜地区, 海拔为 3 300 m。采回的甘松经除去泥沙等杂质后, 室温下阴干。甘松的根及根茎部分经植物粉碎机粉碎, 过标准 2 号筛后待用。

2 方法及结果

2.1 挥发油测定 称取甘松样品粉末约 10 g, 按照 2010 年版《中国药典》第一部附录 X D 甲法^[9]测定挥发油含量。结果见表 2。

收稿日期: 2014-04-03; 修订日期: 2014-10-19

基金项目: 中国科学院藏药研究重点实验室项目(No. Y342910Z1)

作者简介: 张宇霞(1989-), 女(汉族), 山西长治人, 在读硕士研究生, 学士学位, 主要从事药材 GAP 与药材质量标准研究工作。

* 通讯作者简介: 冯世震(1963-), 男(汉族), 江苏人, 中国科学院西北高原生物研究所副研究员, 博士学位, 主要从事植物化学与新产品开发工作。

表 1 甘松样品信息

序号	来源	采集时间	地点
1	栽培	2013-07	青海省大通宝库药材种植基地
2	栽培	2013-08	青海省大通宝库药材种植基地
3	栽培	2013-09	青海省大通宝库药材种植基地
4	栽培	2013-10	青海省大通宝库药材种植基地
5	野生	2013-07	青海省玉树藏族自治州巴塘乡
6	野生	2013-09	青海省玉树藏族自治州巴塘乡
7	市售	2013-07	购于西宁市八一路药材市场
8	市售	2013-09	购于西宁市八一路药材市场

表 2 甘松挥发油含量测定结果

样品序号	挥发油体积分数/($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD/%
1	5.0	0.07
2	5.0	0.10
3	3.3	1.02
4	3.0	0.14
5	2.0	0.27
6	5.2	1.60
7	3.5	0.15
8	3.5	0.07

$n=3$

结果表明, 同一产地不同的采收期甘松挥发油的含量不同, 大通栽培基地 7、8 月份含量最高, 均为 5.0% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$), 9、10 月份的含量较低, 分别为 3.3% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$) 和 3.0% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$); 而玉树野生 7、9 月份样品挥发油含量差异更大, 分别为 2.0% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$)、5.2% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$)。

2.2 浸出物条件考察及含量测定 选用 2013 年 9 月购于西宁市八一路药材市场的甘松样品, 进行浸出物条件考察。

取甘松样品粉末约 4 g, 精密称定, 分别采用纯化水、50% 乙醇、75% 乙醇、95% 乙醇、甲醇、正丁醇、正丁醇饱和的水及水饱和的正丁醇作溶剂, 参照 2010 年版《中国药典》第一部附录 X A 的冷浸法进行条件考察。结果见表 3。

表 3 提取溶剂冷浸法考察结果

溶剂种类	浸出物含量	RSD
纯化水	16.47	0.52
50% 乙醇	18.26	1.76
75% 乙醇	18.49	1.95
95% 乙醇	9.89	1.87
甲醇	17.10	0.86
正丁醇	4.73	2.27
正丁醇饱和的水	9.96	2.81
水饱和的正丁醇	17.90	1.52

$n=3$

取甘松样品粉末约 2 g,精密称定,采用与冷浸法相同的溶剂,参照 2010 年版《中国药典》第一部附录 X A 的热浸法进行条件考察。结果见表 4。

表 4 提取溶剂热浸法考察结果 %

溶剂种类	浸出物含量	RSD
纯化水	19.92	0.89
50% 乙醇	22.24	0.11
75% 乙醇	18.53	1.48
95% 乙醇	13.41	1.05
甲醇	19.56	2.65
正丁醇	9.70	2.04
正丁醇饱和的水	11.97	3.08
水饱和的正丁醇	21.19	0.71

$n = 3$

表 3 及表 4 结果表明,热浸法下 50% 乙醇的浸出物含量最高,为 22.24%;而冷浸法下正丁醇含量最低,仅为 4.73%。选用热浸法、50% 乙醇作溶剂测定所有样品的浸出物含量。结果见表 5。

表 5 甘松样品浸出物含量测定结果 %

序号	浸出物含量	RSD
1	32.60	0.17
2	35.39	0.07
3	37.66	1.93
4	34.99	0.57
5	18.96	0.79
6	21.66	3.02
7	14.20	2.01
8	21.06	0.30

$n = 3$

结果表明,浸出物含量最高的为大通栽培样品,含量均在 30% 以上;野生样品及市售样品含量均较低,说明在玉树藏族自治州巴塘乡及四川省甘孜地区环境条件下,甘松物质积累程度较低。

3 讨论

3.1 挥发油含量分析 本文所测得的甘松挥发油的含量范围为 2.0% ~ 5.2% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$),颜色为淡黄绿色。2010 年版《中国药典》规定甘松挥发油含量不得少于 2.0% ($\text{ml} \cdot \text{g}^{-1}$),所以所测结果准确,符合药典规定。

3.2 浸出物溶剂选择 甘松根茎部位含有水溶性及脂溶性等化学成分,所以在进行浸出物测定条件考察时,选择多种溶剂作为其提取溶剂,以全面检测甘松的化学成分含量,为甘松质量评价提供可靠的依据。结果显示:热浸法下均比冷浸法下相应溶剂的浸出物含量高;热浸法下 50% 乙醇的浸出物含量最高,热浸法下

水饱和的正丁醇所测含量次之,再次为纯化水浸出物,这与甘松中含有多种化学成分及其药效部位有乙酸乙酯部位、醇部位及正丁醇部位等一致^[6,10]。由于目前关于甘松挥发性成分已有报道,且药典已限定甘松挥发油含量,通过挥发性醚浸出物含量考察挥发油含量意义不大,又由于该操作耗时且影响环境,所以本文未检测甘松挥发性醚浸出物。所以从浸出物含量、溶剂的毒性及药效部位等因素综合考虑,确定方法为热浸法下 50% 乙醇。

3.3 浸出物含量动态变化分析 不同来源甘松的浸出物含量变化范围较大,为 14.2% ~ 37.7%,且栽培甘松远大于野生甘松的含量,这可能与不同地理条件、不同采收期等因素有关。例如样品 5、6 均为玉树藏族自治州巴塘乡采集的野生样品,但是由于生长季节的不同,浸出物含量却存在较大差异。通过本文的研究,建议甘松浸出物参照《中国药典》醇溶性浸出物测定法(附录 X A)项下的热浸法测定,用稀乙醇作溶剂,含量按平均值上浮 20%,不得少于 21.0%。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典,上册[M]. 上海:上海科学技术出版社,1985.
- [2] 蒋开年,韩泳平. 藏药甘松多糖 S 的研究[J]. 中草药,2011,42(11):2248.
- [3] 刘春力,段营辉,戴毅,等. 甘松根茎化学成分研究[J]. 中药材,2011,34(8):1216.
- [4] Rucker G, Dyck E. Bildung von "desoxo - narchinol A" aus Nardosinon [J]. Phytochemistry, 1974, 13(9):1907.
- [5] 李翔宇,罗骏,葛郁芝,等. 甘松挥发油对大鼠心室肌细胞 Ik 和 Ik1 的影响[J]. 时珍国医国药,2013,24(8):1814.
- [6] Jang J Y, Kim H N, Kim Y R, et al. Partially purified components of Nardostachys chinensis suppress melanin synthesis through ERK and Akt signaling pathway with cAMP down - regulation in B16F10 cells [J]. J Ethnopharmacol, 2011, 137(3):1207.
- [7] Li P, Yamakuni T, Matsunaga K, et al. Nardosinone enhances nerve growth factor - induced neurite outgrowth in a mitogen - activated protein kinase - and protein kinase C - dependent manner in PC12D cells [J]. 2003, 93(1):122.
- [8] Li Z H, Li W, Shi J L, et al. Nardosinone improves the proliferation, migration and selective differentiation of mouse embryonic neural stem cells [J]. PloS one, 2014, 9(3):e91260.
- [9] 国家药典委员会. 中国药典,一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:78.
- [10] 武姣姣. 甘松抗抑郁作用的物质基础初探[D]. 北京中医药大学硕士学位论文,2012.