

文章编号 :1000-4025(2004)02-0292-04

藏药麻花秦艽中苦苣类成分的含量测定及品质评价*

纪兰菊¹, 马玉花¹, 陈桂琛¹, 周国英¹, 代冬海², 孙洪发²

(1 中国科学院西北高原生物研究所, 西宁 810001 2 青海普兰特藏药研究所, 西宁 810007)

摘要 建立了反相高效液相色谱检测藏药麻花秦艽药材中主要苦苣类成分龙胆苦苣与落干酸含量的分析方法, 对栽培和野生藏药植物麻花秦艽中苦苣类成分进行了定性、定量分析, 对栽培麻花秦艽代替野生麻花秦艽入药进行了品质评价, 结果表明, 栽培植物藏药麻花秦艽不仅可代替野生药材入药, 并具有深度开发的前景。

关键词 藏药; 麻花秦艽; 龙胆苦苣; 落干酸; 反相高效液相色谱

中图分类号 Q 946.83 **文献标识码** A

Determination and evaluation of two iridoids in *Gentiana straminea* herbs by HPLC

JIL an-ju¹, MA Yu-hua¹, CHEN Gui-chen¹, ZHOU Guo-ying¹, DA IDong-hai², SUN Hong-fa²

(1 Northwest Plateau Institute of Biology, Chinese Academy of Sciences, Xi'ning 810001, China 2 Qinghai Plateau Institute of Tibet Herbs, Xi'ning, Qinghai 810007, China)

Abstract A simple and accurate method for the determination of geatiopicroside and loganic acid in wild and cultivated *Gentiana straminea* herbs has been set up by high performance liquid chromatography. The qualities of wild and cultivated herbs as Tibet medicines were evaluated. This method has been successfully applied for the analysis of chemical constituents from *Gentiana straminea* and related patent medicines. The result showed that the species cultivated can be used as the wild ones and new resources.

Key words Tibet herb; *Gentiana straminea* Maxim.; geatiopicroside; loganic acid; high performance liquid chromatography

麻花秦艽(*Gentiana straminea* Maxim.)为龙胆科(Gentianaceae)龙胆属植物。龙胆属植物多为常用中、藏药材,具有散风除湿、清热利胆、舒筋止痛等功效^[1]。麻花秦艽根为常用上品藏药,用于治疗风湿性关节炎、肺病发烧、黄疸、皮疹、水肿及二便不通等病症。麻花秦艽为多年生草本植物,主要分布于青藏高原,海拔2300~4800m的山坡草地、河谷滩地、灌丛以及高寒草甸中。由于多年的过度采挖和日益扩大的需求,麻花秦艽的育种栽培,对于发展藏药产业

现代化和保护脆弱的高寒草甸生态环境具有重要意义。本文应用二极管阵列检测方法的HPLC分析,以野生麻花秦艽根中有效成分^[2-4]龙胆苦苣(geatiopicroside)与落干酸(loganic acid)为指征性成分,对青海东部地区生长的野生麻花秦艽根和栽培麻花秦艽根进行了定性、定量分析和品质评价,为栽培藏药植物麻花秦艽代替野生麻花秦艽入药和栽培麻花秦艽根中高含量苦苣类成分的深度开发提供了科学依据。

* 收稿日期 2003-07-22 修改稿收到日期 2003-10-24

基金项目 国家中西部重点项目(2001BA901A47)

作者简介 纪兰菊(1952-),女,北京,中国科学院西北高原生物研究所副研究员,主要从事藏药药化研究工作。

1 仪器、试剂、材料与标准品的配制

LC-10A TVP 二元泵(岛津); Rheodyne 7725 进样器(美国); SPD-M 10A V P 二极管阵列检测器(岛津); Class-V P 液相色谱工作站(岛津); 2200B 超声波仪 M :l Q 超纯水装置 C18 硅胶小柱(1ml, Waters)。

龙胆苦苣、落干酸对照品由中国药品生物制品鉴定所(龙胆苦苣批号 0770-200004)和中国科学院西北高原生物研究所孙洪发教授提供;野生麻花秦艽药材(根部)自行采集和采购;栽培麻花秦艽药

材采集自栽培基地—青海省西宁市。HPLC 级甲醇购自山东省禹王公司;分析纯甲醇、磷酸购自上海化学试剂公司。

2 色谱条件

色谱柱 V P-OPS C18 柱(5 μ m, 150 mm \times 4.6 mm);流动相:由甲醇(23%)-水-磷酸(0.2%)组成;流速 1.0 mL/min;检测波长 240 nm;柱温:室温;对照品及样品的紫外光谱图及 HPLC 色谱分离图及不同产地的野生及栽培样品叠加图见图 1 和图 2。

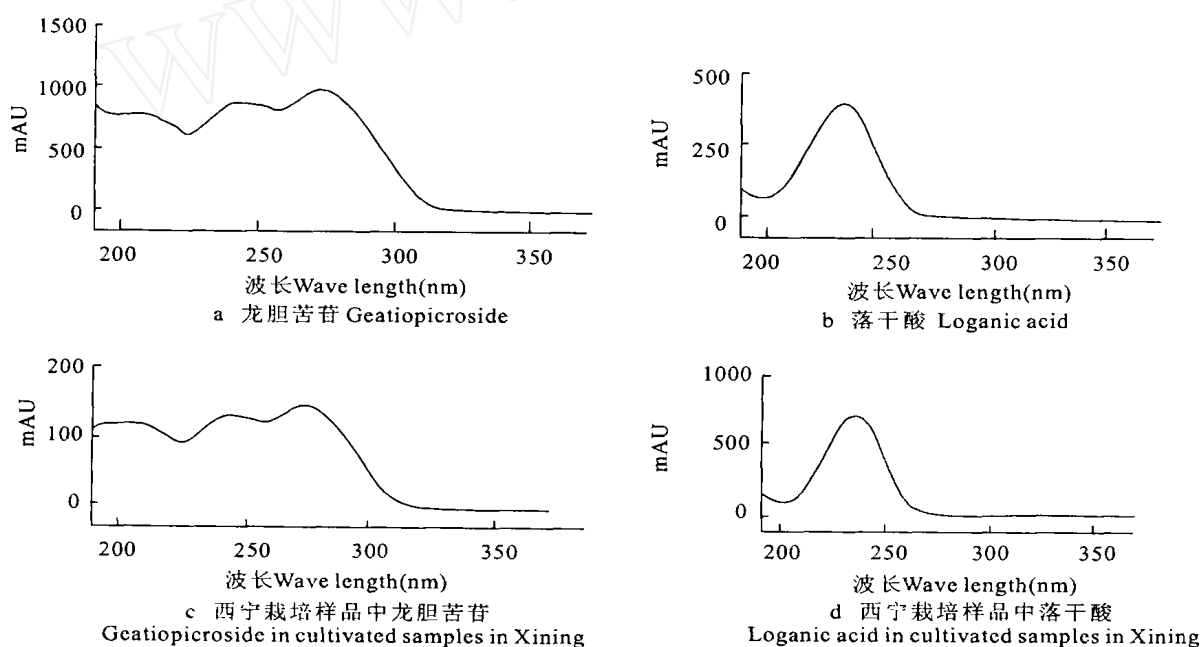


图 1 紫外光谱图

Fig 1 UV spectra

3 方法与结果

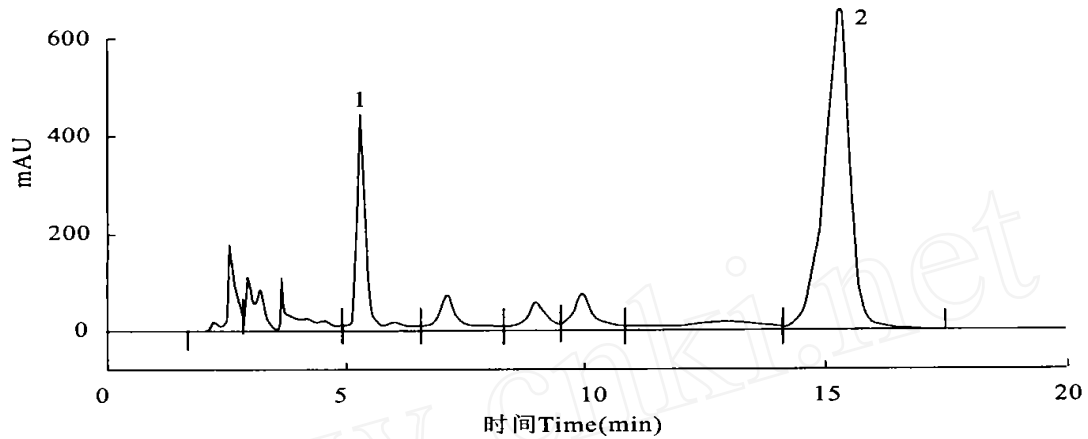
3.1 线性关系考察

分别精密称定龙胆苦苣、落干酸对照品,用甲醇分别配成含龙胆苦苣 1.20 mg/mL,落干酸 1.20 mg/mL 对照品溶液;精密吸取龙胆苦苣对照品溶液 2.4 mL, 4.8 mL, 7.2 mL, 9.6 mL;精密吸取落干酸对照品溶液 1.2 mL, 2.4 mL, 3.6 mL, 4.8 mL, 6 mL;分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,吸取上述溶液,分别进样 20 μ L,以进样量为横坐标,各自的峰面积积分为纵坐标,进行线性回归,回归方程分别为龙胆苦苣 $y = 104617.1x +$

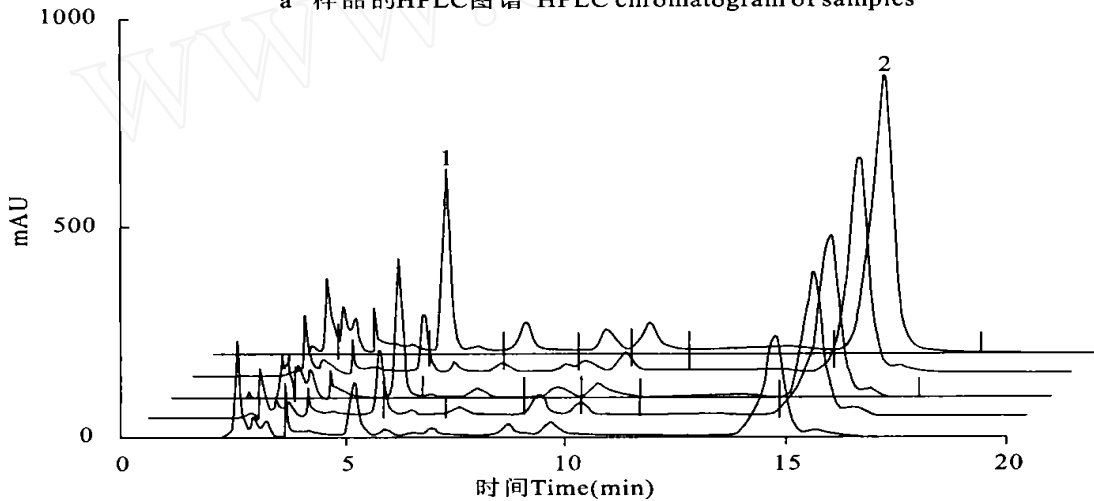
444718.8 , $r = 0.9994$;线性范围:4.8~24 μ g;落干酸 $y = 248857.5x + 899411.6$, $r = 0.9989$;线性范围:2.4~12 μ g。

3.2 药材中水溶性成份的提取

将麻花秦艽根部粉碎,精密称取 0.5 g,置 100 mL 锥形瓶中,加甲醇 20 mL,置 80 $^{\circ}$ C 水浴锅中回流 2 h,放冷至室温,过滤,滤液置 25 mL 容量瓶中,用甲醇定容;摇匀后经 C18 硅胶小柱做脱脂处理,先用 5 mL 蒸馏水活化小柱,即用 5 mL 甲醇淋洗,再用 10 mL 蒸馏水洗脱后,将样品提取液直接上柱,弃取初滤液,收集续滤液上机分析。



a 样品的HPLC图谱 HPLC chromatogram of samples



b 不同产地的野生及栽培麻花秦艽HPLC叠加图

HPLC overlap chromatogram of wild and cultivated *Gentiana straminea* collected from different districts

图2 样品的HPLC图谱

1. 落干酸 2. 龙胆苦苷

Fig 2 HPLC chromatogram of samples

1. Loganic acid 2. Geatiopicroside

5次;龙胆苦苷峰面积的RSD为2.03%,落干酸峰面积的RSD为3.08%(表1)。

3.3 精密度试验

以同一混合对照品溶液进样,每次 20 μL,重复

表1 精密度测定

Table 1 Detem ination of precision

	峰面积值 Peak area					平均值 A verage	RSD %
	1	2	3	4	5		
龙胆苦苷 Geatiopicroside	2174202	2139278	2213730	2210409	2258078	2199139	2.03
落干酸 Loganic acid	1719526	1709129	1732611	1789474	1857041	1757556	3.08

3.4 重复性试验

精密称定同一批样品,按供试品溶液制备方法

分别制备5份供试品溶液,分别测定,结果龙胆苦苷含量的RSD为1.58%,落干酸含量的RSD为2.12%(见表2)。

表 2 重复性测定
Table 2 Determination of repeat

	峰面积值 Peak area					平均值 Average	RSD %
	1	2	3	4	5		
龙胆苦苣 Geatiopicroside	5724346	5850303	5767587	5866763	6047155	5949030	2.12
落干酸 Loganic acid	26380830	26821838	26917798	26851427	27573333	26919045	1.58

3.5 回收率试验

取已知含量的药材适量,加入一定量的龙胆苦苣、落干酸对照品溶液,按样品制备方法制备,上机

分析,药材中龙胆苦苣的平均回收率为 99.93%, RSD 为 4.50% (n=5); 落干酸为 99.13%, RSD 为 4.45% (n=5) (见表 3)。

表 3 回收率测定
Table 3 Result of recoveries

	回收率 Recovery (%)					平均值 Average	RSD %
	1	2	3	4	5		
龙胆苦苣 geatiopicroside	94.14	96.11	99.46	103.55	105.41	99.93	4.50
落干酸 loganic acid	96.44	95.86	98.10	102.97	104.30	99.13	4.45

3.6 样品测定

吸取各供试品溶液 20 μ L, 分别进样, 测得龙胆

苦苣、落干酸的峰面积积分值, 用外标法计算含量, 结果见表 4。

表 4 麻花秦艽(野生与栽培)药材中龙胆苦苣、落干酸的含量(n=2)

Table 4 Contents of geatiopicroside and loganic acid in wild and cultivated *Gentiana straminea* herbs(n=2)

采集地点 Collecting locations	类型 Types	龙胆苦苣 Geatiopicroside (%)	落干酸 Loganic acid (%)
察汉河	野生	9.680	0.382
海北	野生	3.755	0.272
果洛	野生	6.590	1.095
果洛	野生	5.740	0.426
西宁	栽培	12.99	1.325

4 讨论

采用反相高效液相色谱法测定麻花秦艽药材中活性成分龙胆苦苣与落干酸, 同时进行紫外光谱的鉴定(图 1, 2), 尚未见报道。本文对色谱分离条件和测定方法进行了考察, 证明该方法简便、准确、稳定, 为野生与栽培藏药植物麻花秦艽根的定性、定量分析和品质评价, 及含量分布提供了快速、准确、有效的分析方法。

如表 3 所示, 野生与栽培藏药植物麻花秦艽中主要苦苣类成分分布基本一致, 色谱分离图及含量测定结果提示, 药材的水溶性成分以龙胆苦苣、落干酸成分为主, 本文对不同产地的野生及栽培藏药植物麻花秦艽药材的水溶性成分的 HPLC 及 UV 图谱进行了技术参数的分析, 证明栽培藏药麻花秦艽不仅可以代替野生药材入药, 同时为栽培麻花秦艽根中高含量龙胆苦苣等苦苣类活性成分的药用开发提供了依据。

参考文献:

- [1] 中国科学院西北高原生物研究所. 藏药志[M]. 青海人民出版社, 西宁, 1991, 09-10.
- [2] 纪兰菊, 孙洪发, 丁经业, 胡伯林, 樊淑芬. 青海高原四种龙胆科植物化学成分初步研究[A]. 高原生物学集刊[C], 1992: 113-118.
- [3] Ji Yu bin. 中药有效成分药理与应用[M]. 哈尔滨: 黑龙江科学技术出版社, 1995: 211-212.
- [4] 井上博之, 中村有伸. Studies on Monoterpene Glucoside and Related Natural Products. XIV. Occurrence of Secoiridoide Glucoside in Gentianeous Plants especially in the Genera *Gentiana* and *Swertia*[J]. *Chemische Berichte*, 1971, 91(7): 756-759.