

HPLC 测定道地产地和主产地茅苍术中 β -桉叶醇及其他成分的含量

张贝贝, 方婧, 许海玉*, 李德凤, 杨洪军, 王祝举, 唐力英, 杨岚, 张东, 付梅红*
(中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的: 通过测定道地产地和主产地茅苍术中有效成分及其他成分的含量, 综合评价茅苍术的药材品质。方法: 采用 HPLC 对不同产地的茅苍术中的 β -桉叶醇、苍术素、苍术素醇和苍术内酯 II 进行含量测定。结果: 不同产地的茅苍术中成分的含量差异显著, 各地的茅苍术药材质量存在较大差异。 β -桉叶醇和苍术素醇含量最高的是湖北英山的野生品; 苍术素和苍术内酯 II 含量最高的产地是江苏茅山。结论: 综合考虑茅苍术中苍术素、 β -桉叶醇、苍术素醇和苍术内酯 II 主产地的茅苍术的质量要比道地产地茅苍术的质量优, 该结果为茅苍术的产业化发展提供依据。

[关键词] 茅苍术; β -桉叶醇; 苍术素; 苍术素醇; 苍术内酯 II; 高效液相色谱法; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)08-0116-03

Determination of β -eudesmol and Other Compositions in Rhizome of *Atractylodes lancea* by HPLC

ZHANG Bei-bei, FANG Jing, XU Hai-yu*, LI De-feng, YANG Hong-jun, WANG Zhu-ju,
TANG Li-ying, YANG Lan, ZHANG Dong, FU Mei-hong*

(Institute of Chinese Materia Medica China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

[Abstract] **Objective:** By determining the active compositions and other compositions in rhizome of *Atractylodes lancea* from geoherbs and herbs in main producing areas in order to synthetically evaluate the quality of them. **Method:** β -eudesmol, atractylon, atractylodinol and atractylenolide II in rhizome of *A. lancea* in different regions were determined by HPLC. **Result:** There were great differences in content and quality among different regions of *A. lancea*. The highest content of β -eudesmol and atractylodinol was found in wild products grown in Yingshan city Hubei Province, while the highest content of atractylon and atractylenolide II was found in maoshan city Jiangsu province. **Conclusion:** The quality in the main origins was better than that in authentic origin from the content determination of β -eudesmol, atractylon, atractylodinol and atractylenolide II in different places, which provide the basis for industrial development of lancea.

[Key words] *Atractylodes lancea*; β -eudesmol; atractylon; atractylodinol; atractylenolide II; HPLC; determination

[收稿日期] 20101202(005)

[基金项目] 中国中医科学院基本科研业务费自主选题项目 (Z02063)

[第一作者] 张贝贝, 江西中医学院 2008 级硕士研究生

[通讯作者] * 付梅红, 主要从事中药化学工作, Tel: 010-64062692, E-mail: fu00126@sina.com; * 许海玉, 主要从事中药药物代谢, E-mail: hy_xu627@163.com

茅苍术为菊科植物茅苍术 *Atractylodes lancea* (Thunb.) DC. 或北苍术 *A. chinensis* (DC.) Koidz. 的干燥根茎, 辛、苦、温。归脾、胃、肝经, 具有燥湿健脾、祛风散寒、明目的作用, 主治湿阻中焦, 脘腹胀满, 泄泻, 水肿, 脚气痿痹, 风湿痹痛, 风寒感冒, 夜盲, 眼目昏涩^[1]。苍术挥发油对正常小鼠胃肠推动功能具有促进作用^[2]。也有文献表明 β -桉叶醇能够

明显促进正常小鼠的胃肠运动,显著抑制因新斯的明负荷小鼠引起的胃肠功能亢进,增加脾虚小鼠体重、明显改善脾虚小鼠的体征;抑制脾虚小鼠的胃肠运动、对抗泄泻^[3]。苍术的主要有效成分为倍半萜类和聚乙炔类两大类成分,前者主要为 β -桉叶醇,后者主要为苍术素。目前多选择这种成分作为苍术的定量控制指标,如付梅红等^[4]采用气相色谱法测定了苍术中 β -桉叶醇的含量。本研究进行了高效液相色谱法测定茅苍术中 β -桉叶醇的方法学研究并建立了HPLC测定茅苍术中 β -桉叶醇含量方法,同时^[1]测定了道地产地和主产地7批茅苍术中苍术素含量,以反相高效液相色谱法同时测定苍术中的2种聚乙炔类化合物^[5]和RP-HPLC同时测定苍术中苍术素和白术内酯II的含量^[6]。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 岛津 LC-20AT 高效液相色谱仪(日本岛津株式会社);色谱柱 Diamonsil(R) C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μ m);CX-250 超声波清洗器;yueping-FA1004 电子天平;EYELA 旋转蒸发器

1.2 试剂与试剂 乙腈为色谱纯(fisher);甲醇为色谱纯(fisher);水为高纯水(自制);其他均为分析纯。 β -桉叶醇(自制,纯度98%以上),苍术素,苍术素醇,苍术内酯II(购自上海中药标准化研究中心,纯度98%以上)。

苍术药材:购自湖北麻城、湖北罗田、湖北英山野生品、湖北英山栽培品、安徽安庆、安徽霍山以及江苏茅山共7批,经何希荣主管药师鉴定为菊科苍术属植物茅苍术 *A. lancea* 的干燥根茎。

2 方法

2.1 色谱条件 流动相乙腈-水(58:42),流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 203 nm,柱温 30 $^{\circ}$ C。

2.2 对照品溶液的制备 精密称定 β -桉叶醇适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的对照品溶液,即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过 60 目筛) 0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入三氯甲烷 25 mL,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz) 10 min,放冷,再称定质量,用三氯甲烷补足缺失的质量,摇匀,过滤,精密吸取续滤液 10 mL 蒸干,用甲醇转移至 10 mL 量瓶,加甲醇定容,摇匀,即得。

2.4 线性关系考察 精密吸取 β -桉叶醇对照品储备液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,精密吸取上述对照品溶液 10 μ L

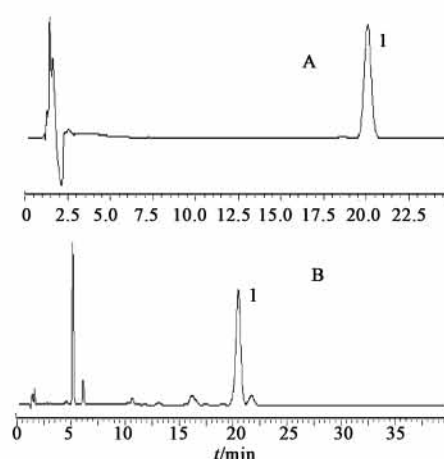


图1 茅苍术药材 HPLC

A. 对照品;B. 样品;1. β -桉叶醇 A

依次注入液相色谱仪,按 2.1 色谱条件进行测定,以进样浓度($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)为横坐标(X),色谱峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线,回归方程为 $Y = 1\,513\,829.526 X - 336.662\,616\,4$, $r = 0.999\,9$, β -桉叶醇在 0.106 ~ 1.272 mg 与峰面积成良好的线性关系。

2.5 检测限及定量限 取对照品储备液逐级稀释后,按照上述色谱条件进样测定。以 $S/N = 10$ 求得 β -桉叶醇的定量限为 22.6 ng;以 $S/N = 3$ 求得 β -桉叶醇的检测限为 7 ng。

2.6 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液 10 μ L,按 2.1 色谱条件下进行测定,RSD 0.14%,表明精密度良好。

2.7 稳定性试验 精确吸取同一供试品溶液,分别间隔 0, 2, 4, 6, 8, 10, 24 h 进样 10 μ L 测定,结果测定 β -桉叶醇峰面积的 RSD 0.98% ($n = 6$),表明样品在 24 h 内稳定。

2.8 重复性试验 取同一批次本品粉末(过 60 目筛) 0.2 g 6 份,精密称定,分别按 2.3 供试品溶液制备项下操作制备供试品溶液 6 份,每份精密进样 1 μ L 按 2.1 项下色谱条件进样测定并计算 β -桉叶醇的含量,RSD 2.76%,表明本法重复性很好。

2.9 加样回收率试验 取已知 β -桉叶醇含量的茅苍术药材粉末约 0.1 g,精密称定 6 份,每份加入相同量的 β -桉叶醇对照品,按 2.3 供试品溶液制备项下方法操作,测定。6 次测定平均回收率为 96.39%,RSD 1.6%,结果见表 1。

2.10 道地产地和主产地 7 批茅苍术中 β -桉叶醇、苍术素、苍术素醇、苍术内酯 II 的含量测定 将湖北

表 1 茅苍术中 β -桉叶醇加样回收试验 ($n=6$)

样品量 /g	样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.100 8	6.18	6.13	12.04	95.50	96.39	1.6
0.099 0	6.07	6.13	11.94	95.50		
0.099 0	6.07	6.13	11.91	95.18		
0.101 1	6.20	6.13	12.14	96.93		
0.100 5	6.16	6.13	12.24	99.29		
0.099 0	6.07	6.13	11.93	95.51		

麻城,湖北罗田,湖北英山(野生),湖北英山(栽培),安徽安庆,安徽霍山,江苏茅山产的茅苍术药材,分别测定了 β -桉叶醇、苍术素、苍术素醇以及苍术内酯 II 的含量,结果见表 2。

表 2 不同产地茅苍术各成分的含量测定 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$

产地	β -桉叶醇	苍术素	苍术素醇	苍术内酯 II
湖北麻城	65	5.94	0.23	0.44
湖北罗田	45.1	3.73	0.41	0.15
湖北英山(野生)	155.5	0.15	0.95	-
湖北英山(栽培)	39.4	3.7	0.21	-
安徽安庆	114	0.35	0.66	-
安徽霍山	98.9	0.21	0.66	-
江苏茅山	4.3	8.8	0.07	1.1

3 结果与讨论

本研究考察了 3 种不同提取溶剂甲醇,三氯甲烷,不同提取方法以及不同提取时间并最终确定了最佳提取工艺。建立了 HPLC 测定茅苍术药材中 β -桉叶醇的含量方法,专属性强,并且具有快速、准确、易行特点,为科学评价苍术药材质量提供依据。

本研究结果显示,7 批不同产地的茅苍术中 β -桉叶醇的含量以湖北英山野生品的含量最高为

$155.5 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,茅山的含量最低为 $4.3 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$;苍术素含量江苏茅山最高为 $8.8 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,湖北英山野生品最低为 $0.15 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$;苍术素醇的含量以湖北英山野生品的最高为 $0.95 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,江苏茅山最低为 $0.07 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$;苍术内酯 II 的含量以江苏茅山的含量最高为 $1.1 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,安徽安庆,安徽霍山以及湖北英山野生品茅苍术中均不含苍术内酯 II。

分析不同产地的茅苍术样品,其成分的含量差异较大,江苏茅山虽作为茅苍术的道地产地,但苍术素醇和作为有效成分的 β -桉叶醇^[3]的含量却都明显较湖北和安徽两个主产地的含量低。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010.
- [2] 张兴德,李俊松,吕游春.北苍术挥发油不同提取工艺及药理学研究[J].现代中药研究与实践,2009,22(6):35.
- [3] 王金华,薛宝云,梁爱华,等.苍术有效成分 β -桉叶醇对小鼠小肠推进功能的影响[J].中国药理学杂志,2002,37(4):2265.
- [4] 付梅红,王金华,张颖,等.气相色谱法测定苍术中有效成分 β -桉叶醇含量的方法学研究[J].中国中药杂志,2000,25(11):680.
- [5] 陈炎明,俞桂新,王峥涛.反相高效液相色谱法同时测定苍术中的两种聚乙炔类化合物[J].中国药理学杂志,2007,25(1):84.
- [6] 南洋,贾凌云,李倩,等.RP-HPLC 法同时测定苍术中苍术素和白术内酯 II 的含量[J].药物分析杂志,2010,30(1):17.
- [7] 方成武,樊敏,刘守金,等.HPLC 测定不同居群苍术中苍术素醇的含量[J].中国中药杂志,2010,35(7):834.

[责任编辑 蔡仲德]