

# 黑面神药材 70% 乙醇提取部分的化学成分研究<sup>△</sup>

彭伟文<sup>1\*</sup>, 何文生<sup>2</sup>, 纪梦颖<sup>1</sup>, 王珠强<sup>1</sup> (1. 广州中医药大学附属中山中医院药学部, 广东 中山 528401; 2. 重庆大足区人民医院, 重庆 402360)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)36-5144-04  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.36.27

**摘要** 目的: 研究黑面神药材 70% 乙醇提取部分的化学成分。方法: 采用 D101 大孔树脂、硅胶柱色谱、反相硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 凝胶柱色谱、薄层色谱、制备型高效液相色谱对黑面神药材 70% 乙醇提取部位化合物进行分离纯化, 根据理化性质和波谱数据分析鉴定化合物的结构。结果: 从黑面神药材 70% 乙醇提取部分中分离得到 10 个化合物, 分别鉴定为木犀草素(1)、槲皮素(2)、山柰酚(3)、银槲苷(4)、(+)-南烛木树脂酚(5)、(+)-异落叶松脂素(6)、(+)-Nortrachelogenin (7)、(+)-丁香树脂醇(8)、Icariol A<sub>2</sub>(9)、5,5'-二甲氧基-7-氧代落叶松脂醇(10)。结论: 10 个化合物均为首次从该植物中分离得到。该研究为黑面神药材质量评价奠定了基础。

**关键词** 黑面神; 化学成分; 黄酮; 木脂素

## Study on Chemical Constituents of 70% Ethanol Extract of *Breynia fruticosa*

PENG Weiwen<sup>1</sup>, HE Wensheng<sup>2</sup>, JI Mengying<sup>1</sup>, WANG Zhuqiang<sup>1</sup> (1. Dept. of Pharmacy, the Affiliated Zhongshan TCM Hospital of Guangzhou University of TCM, Guangdong Zhongshan 528401, China; 2. Chongqing Dazhu District People's Hospital, Chongqing 402360, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To study the chemical constituents of 70% ethanol extract of *Breynia fruticosa*. METHODS: The 70% ethanol extract of *B. fruticosa* were isolated and purified by D101 macroporous resin, silica gel column chromatography, RP-silica gel column chromatography, Sephadex LH-20 gel column chromatography, preparative HPLC. The structure of compound was analyzed and identified according to physicochemical characters and spectral data. RESULTS: 10 compounds were separated from 70% ethanol extract of *B. fruticosa*, such as Luteolin (1), Quercetin (2), Kaempferol (3), Fliroside (4), (+)-Lyoni-resinol (5), (+)-Isolariciresinol (6), (+)-Nortrachelogenin (7), (+)-Syringaresinol (8), Icariol A<sub>2</sub> (9), 5,5'-Dimethoxy-7-oxolariciresinol (10), respectively. CONCLUSIONS: Ten compounds are isolated from this plant for the first time. The study play the found for quality evaluation of 70% ethanol extract of *B. fruticosa*.

**KEYWORDS** *Breynia fruticosa*; Chemical constituents; Flavone; Lignan

黑面神 *Breynia fruticosa* (L.) Hook. f. 为大戟科黑面神属植物, 广东道地药材。2010 年版《中国药典》(一部) 以鬼画符名称收载<sup>[1]</sup>, 且药用部位为干燥全株, 主要分布于广东、海南、云南、福建等地, 具有清热解暑、祛湿通络和活血化瘀等功效, 主治腹泻、缠腰火丹、皮炎、漆疮、风湿痹痛、湿疹、产后乳汁不通、阴痒等症<sup>[2]</sup>。此外, 民间亦用黑面神药材治疗慢性支气管炎, 为中国南部傣族习用药<sup>[3]</sup>。现代药理实验已证实, 黑面神药材具有抗炎止痛、抑菌、免疫抑制、抗 I 型超敏反应及抗病毒等作用<sup>[4-6]</sup>。目前, 关于黑面神药材化学成分的研究报道较少, 已报道的化学成分主要为一些小分子酚酸类化合物, 此外还含有萜类、甾体、黄酮、木脂素、螺缩酮苷等成分<sup>[7-9]</sup>。本课题组探讨了黑面神药材 70% 乙醇提取部分的化学成分, 以期为其质量评价奠定基础。

## 1 材料

### 1.1 仪器

<sup>△</sup> 基金项目: 中山市科学事业费项目 (No. 2015B1048)

\* 主任中药师, 硕士生导师。研究方向: 中药制剂研发。电话: 0760-88815106。E-mail: pww200688@21cn.com

AV-500 型核磁共振仪、AV-400 型核磁共振仪 (瑞士 Bruker 公司); 6540 型四级杆串联飞行时间质谱仪 (美国 Agilent 公司); FI/IR-480 型红外光谱仪、WFH-203B 型紫外分析仪 (日本 Jasco 公司); LC-6AD 型半分析半制备液相色谱仪 (日本 Shimadzu 公司); KQ5200B 型超声波清洗器 (广州浩瀚仪器有限公司); ME104 型电子分析天平 [梅特勒-托利多仪器 (上海) 有限公司]。

### 1.2 试剂

D101 大孔树脂 (成都金山化学试剂有限公司); 柱色谱用硅胶、薄层色谱用硅胶 (青岛海洋化工厂, 粒度: 200~300 目); 氘代核磁溶剂 (美国西格玛奥德里奇公司); 反相硅胶柱色谱 (ODS, 日本 YMC 公司); Sephadex LH-20 凝胶柱色谱 (美国 Pharmacia 公司); 甲醇、二氯甲烷为色谱纯, 其余试剂均为分析纯, 水为纯化水。

### 1.3 药材

黑面神药材 (2015 年 8 月采自广东省中山市金钟水库) 经广州中医药大学中药学院黄海波教授鉴定为真品, 标本保存于广州中医药大学附属中山中医院药学部。

## 2 提取、分离和纯化

取干燥的黑面神药材全株 50 kg, 粉碎后用 70% 乙醇溶液回流提取 3 次(70% 乙醇溶液用量分别为 300、200、100 L), 每次 2.5 h, 温度 80~90 °C, 合并提取液, 减压浓缩后得浸膏 12.6 kg, 依次用水、30% 乙醇溶液、60% 乙醇溶液、95% 乙醇溶液超声(功率: 200 W; 频率: 40 kHz) 萃取 30 min, 萃取液于半径 12 cm、3 000 r/min 离心 20 min, 取上清液, 上清液分别上样于填有 D101 大孔树脂的色谱柱, 分别用水、30% 乙醇溶液、60% 乙醇溶液、95% 乙醇溶液洗脱。取 60% 乙醇洗脱部位(500 g), 反复经硅胶柱色谱, 以二氯甲烷-甲醇(100:0、99:1、98:2、97:3、95:5、9:1、85:15、75:25, *V/V*) 系统梯度洗脱, 收集洗脱液并经薄层色谱鉴别后富集浓缩, 得各部位洗脱液(Fr A~H), 取 Fr E 经 ODS 柱, 以甲醇-水(30:70、40:60、50:50、60:40、80:20, *V/V*) 梯度洗脱, 经薄层色谱鉴别后富集浓缩, 以半制备半分析高效液相色谱进一步纯化, 得化合物 1(13.9 mg)、2(7 mg)、3(10.9 mg)、4(20.6 mg)、5(5 mg)、6(36.3 mg)、7(7.5 mg)、8(58.5 mg)、9(6.4 mg)、10(3.5 mg)。

## 3 结构鉴定

化合物 1: 黄色粉末, 分子式为  $C_{15}H_{10}O_6$ , 不饱和度  $\Omega=11$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  287.055 4[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 7.41 (1H, dd,  $J=8.0, 2.5$  Hz, H-6'), 7.39 (1H, d,  $J=2.5$  Hz, H-2'), 6.88 (1H, d,  $J=8.0$  Hz, H-5'), 6.66 (1H, s, H-3), 6.43 (1H, s, H-8), 6.18 (1H, d,  $J=1.5$  Hz, H-6)。<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 164.0 (C-2), 102.8 (C-3), 181.6 (C-4), 157.3 (C-5), 98.9 (C-6), 163.9 (C-7), 93.9 (C-8), 161.5 (C-9), 103.6 (C-10), 121.4 (C-1'), 113.3 (C-2'), 145.8 (C-3'), 149.9 (C-4'), 116.0 (C-5'), 119.0 (C-6')。以上数据与文献[9]报道的一致, 故该化合物鉴定为木犀草素(Luteolin)。

化合物 2: 黄色粉末, 分子式为  $C_{15}H_{10}O_7$ , 不饱和度  $\Omega=11$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  303.050 7[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 7.67 (1H, s, H-2'), 7.41 (1H, d,  $J=8.4$  Hz, H-6'), 6.88 (1H, d,  $J=8.8$  Hz, H-5'), 6.40 (1H, s, H-8), 6.18 (1H, s, H-6)。<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 146.8 (C-2), 135.7 (C-3), 175.8 (C-4), 156.2 (C-5), 98.2 (C-6), 164.1 (C-7), 93.4 (C-8), 160.7 (C-9), 102.9 (C-10), 122.0 (C-1'), 115.0 (C-2'), 145.1 (C-3'), 147.7 (C-4'), 115.6 (C-5'), 120.0 (C-6')。以上数据与文献[10]报道的一致, 故鉴定该化合物为槲皮素(Quercetin)。

化合物 3: 黄色粉末, 分子式为  $C_{15}H_{10}O_6$ , 不饱和度  $\Omega=11$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  287.055 9[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 8.04 (2H, d,  $J=9.0$  Hz, H-2', 6'), 6.92 (2H, d,  $J=9.0$  Hz, H-3', 5'), 6.44 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-8), 6.19 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-6); <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 146.8

(C-2), 135.7 (C-3), 175.9 (C-4), 160.7 (C-5), 98.2 (C-6), 164.0 (C-7), 93.5 (C-8), 156.2 (C-9), 103.0 (C-10), 121.7 (C-1'), 129.5 (C-2', 6'), 115.5 (C-3', 5'), 159.2 (C-4')。以上数据与文献[11]报道的一致, 故鉴定该化合物为山柰酚(Kaempferol)。

化合物 4: 黄色粉末, 分子式为  $C_{30}H_{26}O_{13}$ , 不饱和度  $\Omega=18$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  595.139 9[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 12.56 (1H, s, 5-OH), 10.18 (3H, brs, 7, 4', 4'' -OH), 7.99 (2H, d,  $J=8.5$  Hz, H-2', 6'), 7.37 (2H, d,  $J=9.0$  Hz, H-2'', 6''), 7.35 (1H, d,  $J=16.0$  Hz, H-7'''), 6.85 (2H, d,  $J=9.0$  Hz, H-3', 5'), 6.78 (2H, d,  $J=9.0$  Hz, H-3'', 5''), 6.37 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-8), 6.14 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-6), 6.14 (1H, d,  $J=16.0$  Hz, H-8'''), 5.45 (1H, d,  $J=7.5$  Hz, Glc-H-1''), 5.46 (1H, brs, Glc-2'' -OH), 5.21 (2H, brs, Glc-3'', 4'' -OH), 4.27 (1H, d,  $J=11.5$  Hz, Glc-H-6'' A), 4.03 (1H, dd,  $J=11.5, 6.5$  Hz, Glc-H-6'' B), 3.37~3.41 (m, Glc-H-2'' ~5'')。 <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 156.9 (C-2), 133.5 (C-3), 177.3 (C-4), 161.6 (C-5), 99.3 (C-6), 165.1 (C-7), 94.2 (C-8), 156.8 (C-9), 104.2 (C-10), 121.2 (C-1'), 131.3 (C-2', 6'), 116.2 (C-3', 5'), 160.3 (C-4'); 糖上碳信号  $\delta$ : 101.5 (C-1''), 74.7 (C-2''), 76.7 (C-3''), 70.4 (C-4''), 74.6 (C-5''), 63.4 (C-6''); 糖 C-6'' 取代基(反式香豆酰基)碳信号  $\delta$ : 125.4 (C-1'''), 130.6 (C-2'''), 6'''), 115.6 (C-3'''), 5'''), 160.5 (C-4''')  $\delta$ : 145.1 (C-7'''), 114.1 (C-8'''), 166.6 (C-9''')。以上数据与文献[12]报道的一致。故鉴定该化合物为山柰酚-3-*O*- $\beta$ -D-(6-*O*-反式香豆酰基)-葡萄糖苷, 即银椴苷(Tilioside)。

化合物 5: 红褐色油状, 分子式为  $C_{22}H_{28}O_8$ , 不饱和度  $\Omega=9$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  421.183 2[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 6.95 (2H, s, H-2', 6'), 6.80 (1H, s, H-6), 5.09 (1H, d,  $J=6.0$  Hz, H-7'), 4.09-4.22 (4H, m, H-9, 9'), 3.80 (3H, s, 5-OCH<sub>3</sub>), 3.79 (3H, s, 3-OCH<sub>3</sub>), 3.67 (6H, s, 3' -OCH<sub>3</sub>, 5' -OCH<sub>3</sub>), 3.14 (2H, m, H-7), 1.81 (1H, m, H=8'), 1.41 (1H, m, H-8); <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500 MHz)  $\delta$ : 129.9 (C-1), 27.0 (C-2), 148.5 (C-3), 139.7 (C-4), 148.3 (C-5), 107.7 (C-6), 34.1 (C-7), 41.8 (C-8), 66.7 (C-9), 60.0 (3-OCH<sub>3</sub>), 56.4 (5-OCH<sub>3</sub>), 139.3 (C-1'), 107.5 (C-2', 6'), 149.2 (C-3', 5'), 135.9 (C-4'), 42.6 (C-7'), 49.6 (C-8'), 64.3 (C-9'), 56.7 (3' -OCH<sub>3</sub>, 5' -OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[13]报道的一致。故鉴定该化合物为(+)-南烛木树脂酚[(+)-Lyoniresinol]。

化合物 6: 红褐色油状, 分子式为  $C_{20}H_{24}O_6$ , 不饱和度  $\Omega=9$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  383.149 8[M+Na]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 400 MHz)  $\delta$ : 6.73 (1H, d,  $J=8.0$  Hz, H-5'), 6.70 (1H, d,  $J=1.6$  Hz, H-2'), 6.65 (1H, s, H-6), 6.60 (1H, dd,  $J=8$  Hz, 1.6, H-6'), 6.18 (1H, s, H-3), 3.80 (3H, s, 5-OCH<sub>3</sub>), 3.80 (1H, d,  $J=10.0$  Hz, H-7'), 3.77 (3H, s,

3'-OCH<sub>3</sub>), 3.70(2H, m, H-9), 3.65(1H, dd,  $J=10$ , 3.6 Hz, H-9'), 3.40(1H, dd,  $J=11.2$ , 40 Hz, H-9'), 2.78(2H, d,  $J=7.6$  Hz, H-7), 2.00(1H, m, H-8)。<sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 400 MHz)  $\delta$ : 129.1(C-1), 134.3(C-2), 117.6(C-3), 145.6(C-4), 147.4(C-5), 112.5(C-6), 33.7(C-7), 40.1(C-8), 66.1(C-9), 56.51(5-OCH<sub>3</sub>), 138.6(C-1'), 113.9(C-2'), 149.3(C-3'), 146.4(C-4'), 116.2(C-5'), 123.4(C-6'), 48.2(C-7'), 48.1(C-8'), 62.3(C-9'), 56.46(3'-OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[14]报道的一致,故鉴定该化合物为(+)-异落叶松脂素[(+)-Isolariciresinol]。

化合物7:无色结晶性固体,分子式为C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>O<sub>7</sub>,不饱和度 $\Omega=10$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  375.145 4[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 500 MHz)  $\delta$ : 6.71(1H, d,  $J=2.5$  Hz, H-2'), 6.70(1H, d,  $J=8.0$  Hz, H-5'), 6.68(1H, d,  $J=8.0$  Hz, H-5), 6.67(1H, d,  $J=1.5$  Hz, H-2), 6.60(1H, dd,  $J=8.2$  Hz, H-6), 6.57(1H, dd,  $J=8.0$  Hz, 2, H-6'), 3.98(2H, d,  $J=8.0$  Hz, H-9), 3.81(3H, s, 3-OCH<sub>3</sub>), 3.78(3H, s, 3'-OCH<sub>3</sub>), 3.12(1H, d,  $J=13.5$  Hz, H-7'), 2.85(1H, d,  $J=14.0$  Hz, H-7'), 2.80(1H, dd,  $J=13.5$ , 5.0 Hz, H-7), 2.38-2.53(2H, m, H-7, H-8)。<sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 500 MHz)  $\delta$ : 132.1(C-1), 113.7(C-2), 149.2(C-3), 146.3(C-4), 116.4(C-5), 122.5(C-6), 32.4(C-7), 44.8(C-8), 72.0(C-9), 128.4(C-1'), 115.1(C-2'), 149.0(C-3'), 146.8(C-4'), 116.2(C-5'), 124.2(C-6'), 48.2(C-7'), 77.6(C-8'), 180.8(C-9'), 56.6(3-OCH<sub>3</sub>), 56.5(3'-OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[15]报道的一致。故鉴定该化合物为(+)-Nortrachelogenin。

化合物8:无色结晶性固体,分子式为C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>O<sub>8</sub>,不饱和度 $\Omega=10$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  419.168 2[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 400 MHz)  $\delta$ : 6.65(4H, s, H-2, 2', 6, 6'), 4.70(2H, d,  $J=4.0$  Hz, H-7, 7'), 4.25(2H, dd,  $J=9.2$ , 6.8 Hz, H-9a, 9'a), 3.13(2H, m, H-8, 8'), 3.87(2H, d,  $J=9.2$ , 3.6 Hz, H-9b, 9'b), 3.83(12H, s, OCH<sub>3</sub>-3, 3', 5, 5')。<sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 400 MHz)  $\delta$ : 133.3(s, C-1, 1'), 104.6(C-2, 2', 6, 6'), 149.5(C-3, 3', 5, 5'), 136.3(C-4, 4'), 87.7(C-7, 7'), 55.7(C-8, 8'), 72.9(C-9, 9'), 56.9(OCH<sub>3</sub>-3, 3', 5, 5')。以上数据与文献[16]报道的一致,故鉴定该化合物为(+)-丁香树脂醇[(+)-Syringaresinol]。

化合物9:淡黄色无定形固体,分子式为C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>O<sub>9</sub>,不饱和度 $\Omega=9$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  475.138 7[M+K]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 500 MHz)  $\delta$ : 6.75(4H, s, H-2, 2', 6, 6'), 4.97(2H, d,  $J=8.0$  Hz, H-7, 7'), 3.88(12H, s, 3, 3', 5, 5'-OMe), 3.61-3.65(4H, m, H-9, H-9'), 2.33(2H, H-8, H-8')。<sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 500 MHz)  $\delta$ : 134.4(C-1, C-1'), 105.0(C-2, C-2', C-6, C-6'), 149.5(C-3, C-3', C-5, C-5'), 136.4(C-4, C-4'), 84.7(C-7, C-7'), 55.3(C-8, C-8'), 61.8(C-9, C-9'), 57.0(3, 3', 5, 5'-OCH<sub>3</sub>)。

以上数据与文献[17]报道的一致,故鉴定该化合物为Icariol A<sub>2</sub>。

化合物10:黄色油状物,分子式为C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>O<sub>9</sub>,不饱和度 $\Omega=10$ 。HR-ESI-MS:  $m/z$  435.166 0[M+H]<sup>+</sup>。<sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 500 MHz)  $\delta$ : 7.35(2H, s, H-2, 6), 6.77(2H, s, H-2', 6'), 4.71(1H, d,  $J=8.5$  Hz, H-7'), 4.11-4.25(2H, m,  $J=8.6$ , 4.7 Hz, H-8, 9), 3.88(6H, s, 3, 5-OCH<sub>3</sub>), 3.86(6H, s, 3', 5'-OCH<sub>3</sub>), 3.55-3.95(1H, m, H-8', 9')。<sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>OD, 500 MHz)  $\delta$ : 127.9(C-1), 108.7(C-2, 6), 149.4(C-3, 5), 142.9(C-4), 199.7(C-7), 50.0(C-8), 72.2(C-9), 133.2(C-1'), 105.4(C-2', 6'), 149.1(C-3', 5'), 136.5(C-4'), 85.6(C-7'), 55.5(C-8'), 61.0(C-9'), 56.9(3, 5-OCH<sub>3</sub>), 56.7(3', 5'-OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[18]报道的一致,故鉴定该化合物为5,5'-二甲氧基-7-氧代落叶松脂醇(5,5'-Dimethoxy-7-oxolariciresinol)。

#### 4 讨论

本研究从黑面神药材中分离得到10个化合物,利用波谱方法分别鉴定为木犀草素(1)、槲皮素(2)、山柰酚(3)、银椴苷(4)、(+)-南烛木树脂酚(5)、(+)-异落叶松脂素(6)、(+)-Nortrachelogenin(7)、(+)-丁香树脂醇(8)、Icariol A<sub>2</sub>(9)、5,5'-二甲氧基-7-氧代落叶松脂醇(10),且以上10个化合物均为首次从黑面神植物中分离得到。本研究可为进一步阐明黑面神药材化学成分,建立其质量标准提供一定参考。

#### 参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:附录25.
- [2] 《广东中药志》编辑委员会.广东中药志:第一卷[M].广州:广东科技出版社,1990:362.
- [3] 朱晓光.岭南本草古籍[M].北京:中国医药科技出版社,1999:36,138.
- [4] 彭伟文,王英晶,王书芹,等.黑面神嫩枝叶治疗小鼠慢性皮炎-湿疹有效部位的筛选[J].中国医院药学杂志,2014,34(24):2095-2099.
- [5] 彭伟文,戴卫波,梅全喜,等.黑面神水提物免疫抑制作用实验研究[J].中华中医药学刊,2013,31(11):2423-2424.
- [6] 彭伟文,王英晶.黑面神的药用历史及现代研究概况[J].今日药学,2014,24(7):618-622.
- [7] Meng D, Wu J, Zhao W. Glycosides from *Breynia fruticosa* and *Breynia rostrata*[J]. *Phytochemistry*, 2009, 71(2/3):325-331.
- [8] Meng D, Wen LC, Zhao W, et al. Sulfur-containing spirouketal glycosides from *Breynia fruticosa*[J]. *J Nat Prod*, 2007, 70(5):824-829.
- [9] 韩德凤,杜成林,王晓静.铁甲草化学成分[J].中国实验方剂学杂志,2016,22(7):78-81.
- [10] 陆弘,周福军,单洪,等.黄杞叶化学成分的分离与鉴定[J].沈阳药科大学学报,2016,33(12):945-949.
- [11] 梅文莉,瞿书华,陈昌祥,等.锡兰肉桂中的黄酮类化合物[J].植物分类与资源学报,2001,23(3):394-396.

# HPLC法同时测定附子理中丸(浓缩丸)中甘草苷和甘草酸的含量

方东伟\*,彭佳庆(鄂州市食品药品检验检测中心,湖北鄂州 436000)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)36-5147-03

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.36.28

**摘要** 目的:建立同时测定附子理中丸(浓缩丸)中甘草苷和甘草酸含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为WondaSil C<sub>18</sub>,流动相为乙腈-0.05%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长为237 nm,柱温为35 ℃,进样量为10 μL。结果:甘草苷和甘草酸检测质量浓度线性范围分别为9.68~96.8 μg/mL( $r=0.999\ 1$ )、14.08~140.8 μg/mL( $r=0.999\ 2$ );定量限分别为0.2、0.3 μg/mL,检测限分别为0.1、0.01 μg/mL;精密性、稳定性、重复性试验的RSD<2.0%;加样回收率分别为98.9%~101.2%(RSD=0.62%, $n=9$ )、98.6%~101.5%(RSD=1.06%, $n=9$ )。结论:该方法操作简便、结果准确,可用于附子理中丸(浓缩丸)中甘草苷和甘草酸含量的同时测定。

**关键词** 附子理中丸(浓缩丸);高效液相色谱法;甘草苷;甘草酸;含量测定

## Simultaneous Determination of Liquiritin and Glycyrrhizic Acid in Fuzi Lizhong Pills (Condensed Pills) by HPLC

FANG Dongwei, PENG Jiaqing (Ezhou Center for Food and Drug Control, Hubei Ezhou 436000, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish the method for simultaneous determination of liquiritin and glycyrrhizic acid in Fuzi lizhong pills (condensed pills). METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on WondaSil C<sub>18</sub> column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.05% phosphate solution (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 237 nm, and column temperature was 35 ℃. The sample size was 10 μL. RESULTS: The linear range of liquiritin and glycyrrhizic acid were 9.68-96.8 μg/mL ( $r=0.999\ 1$ ) and 14.08-140.8 μg/mL ( $r=0.999\ 2$ ). The limits of quantitation were 0.2, 0.3 μg/mL, and the limits of detection were 0.1, 0.01 μg/mL. RSDs of precision, stability and reproducibility tests were all lower than 2.0%. The average recoveries were 98.9%-101.2% (RSD=0.62%,  $n=9$ ), 98.6%-101.5% (RSD=1.06%,  $n=9$ ). CONCLUSIONS: The method is simple and accurate, and can be used for simultaneous determination of liquiritin and glycyrrhizic acid in Fuzi lizhong pills (condensed pills).

**KEYWORDS** Fuzi lizhong pills (condensed pills); HPLC; Liquiritin; Glycyrrhizic acid; Content determination

附子理中丸(浓缩丸)是由附子(制)、党参、白术(炒)、干姜、甘草五味中药制成的浓缩丸剂,具有温中健脾的功效,可用于脾胃虚寒、脘腹冷痛、呕吐泄泻、手足不温等的治疗<sup>[1-4]</sup>。该制剂收载于我国《卫生部颁药品标准·中药成方制剂》(第7册)<sup>[5]</sup>,该标准中无含量测定

项,且目前尚未有同时测定附子理中丸(浓缩丸)中甘草苷和甘草酸含量的报道。鉴于此,笔者参考相关文献<sup>[6-9]</sup>,采用高效液相色谱法(HPLC)建立了同时测定该制剂中甘草苷和甘草酸含量的方法,以期完善该制剂的质量控制提供参考。

[12] 罗建光,孔令义.巴西甘薯叶黄酮类成分的研究[J].中国中药杂志,2005,30(7):516-518.

[13] Fuchino H, Satoh T, Tanaka N. Chemical evaluation of betula species in Japan. III. constituents of *Betula maximowicziana*[J]. *Chem Pharm Bull*, 1996, 44(9): 1748-1753.

[14] Jutiviboonsuk A, Zhang H, Tan GT, et al. Bioactive constituents from roots of *Bursera tonkinensis*[J]. *Phytochemistry*, 2005, 66(23): 2745-2751.

[15] Wang LY, Unehara N, Kitanaka S. Lignans from the roots of *Wikstroemia indica* and their DPPH radical scaveng-

ing and nitric oxide inhibitory activities[J]. *Chem Pharm Bull*, 2005, 53(10): 1348-1351.

[16] 李行任,罗杨合,何隽,等.葶苈皮酚性成分及其抗氧化活性研究[J].天然产物研究与开发,2013,25(12): 1615-1620.

[17] 李兴玉,龙春林,王跃虎,等.中华山蓼化学成分研究[J].天然产物研究与开发,2008,20(5):816-820.

[18] 于丽红,赵伟,黄肖霄,等.毛樱桃叶化学成分的分与鉴定[J].沈阳药科大学学报,2015,32(4):256-260.

(收稿日期:2017-07-12 修回日期:2017-08-30)

(编辑:张 静)

\* 副主任药师。研究方向:药物分析。电话:0711-3863027。  
E-mail:fdw-001@163.com