

黔产大接骨丹药材不同用药部位中紫丁香苷和总黄酮含量的经时变化特征分析^Δ

韩忠耀^{1*}, 宋伟¹, 李燕¹, 张涛¹, 唐文双¹, 周福军^{2#}(1.黔南民族医学高等专科学校药理学系, 贵州都匀 558000; 2.天津药物研究院中药和健康产品研究中心, 天津 300193)

中图分类号 R931.6; R282 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2020)17-2124-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2020.17.14

摘要 目的:研究黔产大接骨丹药材不同用药部位(根皮、树皮、叶)中紫丁香苷和总黄酮含量的经时变化特征,为该药材的开发和应用提供参考。方法:分别以不同采收期(1—12月)大接骨丹药材的根皮、树皮和叶部位为样品。采用高效液相色谱法测定其中紫丁香苷含量,色谱柱为 Agela Promosil C₁₈,流动相为 0.5%磷酸溶液-乙腈(梯度洗脱)、流速为 1.0 mL/min、检测波长为 210 nm、柱温为 35 ℃、进样量为 5 μL。采用紫外-可见分光光度法测定其中总黄酮含量,检测波长为 510 nm。结果:紫丁香苷、总黄酮的质量浓度线性范围分别为 0.095 9~1.150 8 mg/mL($r=0.999\ 6$)、0.072 2~1.083 0 mg/mL($r=0.999\ 9$);精密度、稳定性、重复性试验的 RSD 均小于 3%($n=6$);平均加样回收率分别为 101.74%(RSD=2.36%, $n=6$)、99.63%(RSD=2.19%, $n=6$)。不同采收期内,大接骨丹药材根皮、树皮、叶中紫丁香苷含量分别在 8、5、9 月最高,总黄酮含量分别在 2、12、9 月最高。紫丁香苷含量在 3 个药用部位的大小依次为树皮>根皮>叶,其中树皮部位中紫丁香苷含量普遍较高;总黄酮含量在 3 个药用部位的大小依次为根皮>树皮>叶,且 3 个用药部位中总黄酮含量均普遍较低。根皮部位中总黄酮含量在当年 2 月最高,且当月根皮部位中紫丁香苷含量仅次于当年 8 月;树皮部位中紫丁香苷含量在 5 月最高,且当月树皮部位中总黄酮含量仅次于当年 10、12 月;叶部位中总黄酮含量与紫丁香苷含量均在当年 9 月最高。结论:建议大接骨丹药材根皮部位在 2 月采收为宜,树皮部位在 5 月采收为宜,叶部位在 9 月采收为宜。

关键词 大接骨丹;药用部位;高效液相色谱法;经时变化;紫丁香苷;总黄酮

Analysis of Ongoing Change Characteristics of the Contents of Syringin and Total Flavonoids in Different Medicinal Parts of *Toricellia angulata* from Guizhou

HAN Zhongyao¹, SONG Wei¹, LI Yan¹, ZHANG Tao¹, TANG Wenshuang¹, ZHOU Fujun²(1.Dept. of Pharmacy, Qiannan Medical College for Nationalities, Guizhou Duyun 558000, China; 2.Center for Research on Traditional Chinese Medicine and Health Products of Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China)

- [17] ŁĘGOSZ P, PULIK Ł, STEPIŃSKI P, et al. The use of type I collagen cross-linked C-telopeptide (CTX-I) as a biomarker associated with the formation of periprosthetic ossifications following total hip joint arthroplasty[J]. *Ann Clin Lab Sci*, 2018, 48(2): 183-190.
- [18] ZHANG XL, WANG YN, MA LY, et al. Uncarboxylated osteocalcin ameliorates hepatic glucose and lipid metabolism in KKAY mice via activating insulin signaling pathway[J]. *Acta Pharmacol Sin*, 2020, 41(3): 383-393.
- [19] 刘飞祥, 林子璇, 徐道明, 等. 左归丸调节 β_2 AR介导的 RANKL/OPG 信号通路改善去卵巢大鼠骨量和显微结构水平[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2019, 25(18): 1-8.
- [20] 林海鸣, 黄云梅, 吴银生, 等. 卵巢切除大鼠在不同时期 RANKL、OPG 蛋白表达的变化及与 BTMs 的相关性[J]. *中国骨质疏松杂志*, 2017, 23(8): 981-985.
- [21] MICHAŁ S, EWA S, KRÓL I, et al. Assessment of OPG, RANKL, bone turnover markers serum levels and BMD after treatment with strontium ranelate and ibandronate in patients with postmenopausal osteoporosis[J]. *Endokrynol Pol*, 2016, 67(2): 174-184.
- [22] 侯艳丽, 廖二元, 伍贤平. 骨密度拟合参考曲线在骨质疏松诊断中的作用[J]. *中国骨质疏松杂志*, 2007, 13(2): 125-129.
- [23] 许东亮, 彭朝晖, 熊美才. 姜黄素对骨质疏松大鼠种植体骨结合的促进作用[J]. *吉林大学学报(医学版)*, 2019, 45(4): 877-881, 后插 3.
- [24] 蒋琪, 朱冰玉, 德维, 等. 姜黄素对去势骨质疏松大鼠下颌骨和股骨 EZH2 基因表达的影响[J]. *上海口腔医学*, 2019, 28(3): 241-245.

^Δ 基金项目:贵州省科技计划项目(No.黔科合基础[2020]1Y390);黔南民族医学高等专科学校科研基金项目(No.qnyz202023, No.qnyz202034)

* 副教授, 硕士。研究方向:中药、民族药质量控制。E-mail: 317230913@qq.com

通信作者:研究员, 硕士生导师, 硕士。研究方向:中药新药研究与开发。E-mail: zhoufj@tjipr.com

(收稿日期:2020-03-15 修回日期:2020-07-20)

(编辑:张元媛)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study ongoing change characteristics of the contents of syringin and total flavonoids in different medicinal parts (root bark, tree bark, leaf) of *Toricellia angulata* from Guizhou, and to provide reference for the development and application of *T. angulata*. METHODS: The root bark, tree bark and leaf parts of *T. angulata* during different harvesting periods (Jan.-Dec.) were taken as the research samples. The content of syringin was determined by HPLC. The determination was performed on Agela Promosil C₁₈ column with mobile phase consisted of 0.5% phosphoric acid solution-acetonitrile (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set as 210 nm, and column temperature was 35 °C. The sample size was 5 μL. The content of total flavonoids was determined by UV-visible spectrophotometry under detection wavelength of 510 nm. RESULTS: The linear range of syringin and total flavonoids were 0.095 9-1.150 8 mg/mL ($r=0.999\ 6$) and 0.072 2-1.083 0 mg/mL ($r=0.999\ 9$), respectively. RSDs of precision, stability and repeatability tests were all less than 3% ($n=6$). The average recoveries were 101.74% (RSD=2.36%, $n=6$) and 99.63% (RSD=2.19%, $n=6$), respectively. During different harvesting periods, the contents of syringin in root bark, tree bark, leaf of *T. angulata* collected on Aug., May and Sept. were the highest, and the contents of total flavonoids in samples collected on Feb., Dec. and Sept. were the highest. The contents of syringin in different medicinal parts of *T. angulata* were in descending order as follows as tree bark>root bark>leaf, and the content of syringin was commonly relatively high in tree bark part; the content of total flavonoids in different medicinal parts of *T. angulata* were in descending order as follows as root bark>tree bark>leaf, and the contents of total flavonoids in three medicinal parts was generally low. The content of total flavonoids in root bark was the highest in Feb. of that year, and the content of syringin in root bark at same month was second only to Aug. of that year; the content of syringin in tree bark was the highest in May, and the content of total flavonoids in tree bark at same month was second only to Oct. and Dec. of that year; the contents of total flavonoids and syringin in leaf were the highest in Sept. of that year. CONCLUSIONS: It is suggested that Feb. is the best time for harvesting root bark, May for tree bark and Sept. for leaf of *T. angulata*.

KEYWORDS *Toricellia angulata*; Medicinal part; HPLC; Ongoing change; Syringin; Total flavonoids

大接骨丹药材来源于山茱萸科植物有齿鞘柄木 [*Toricellia angulata* Oliv. var. *intermedia* (Harms) Hu] 的根、根皮、树皮及叶^[1], 在贵州等地方标准中以根皮入药^[2-3]。大接骨丹中主要含有苯丙素苷类、环烯醚萜苷类、黄酮苷类、二萜类等多种化学成分, 已确定的单体化合物有紫丁香苷^[4]、槲皮素-3-*O*-葡萄糖苷、黄芪苷、 β -谷甾醇、硬脂酸、软脂酸、10-Griselinosidic acid 等^[5-7], 具有免疫调节等作用^[8-9]。由于有齿鞘柄木多在每年的3月中旬前后萌芽并在冬季落叶, 故大接骨丹在贵州省少数民族聚集地和民族医疗机构临床施药时, 呈现春夏和初秋多以叶入药, 而冬季和早春多以根皮入药的特点, 并且有研究也发现大接骨丹树皮具有较好的抗炎、镇痛活性^[10], 提示树皮、叶这两个部位也具有进一步开发、利用的价值。

目前, 关于大接骨丹药材不同用药部位药效物质基础的研究相对薄弱。本课题组前期研究发现, 大接骨丹根皮、树皮、叶这3个部位中成分差异较大, 但均存在紫丁香苷和总黄酮这2种次生代谢产物。且据相关文献报道, 紫丁香苷具有抗肿瘤^[11]、保护大鼠肝缺血再灌注损伤^[12]、调节免疫、降糖、抗炎、抗氧化和抗肝毒性^[13]等多种生物活性, 总黄酮则具有抗氧化和抑菌^[14]等生物活性, 可作为大接骨丹中标志性化学成分。此外, 植物中次生代谢产物的动态积累规律可用于中药材、民族药品质优劣的评价^[15]。鉴于此, 本研究以紫丁香苷和总黄酮含量作为质量控制与药材品质评价指标, 考察大接骨丹药材3个用药部位(根皮、树皮、叶)中2种次生代谢产物(紫

丁香苷、总黄酮)的含量差异, 评价叶和树皮部位可否作为根皮的潜在药材替代资源, 并研究这2种次生代谢产物的经时变化特征, 以确定不同用药部位的最佳采摘时间, 为该药材的综合开发利用、民间及民族医疗机构临床应用提供参考。

1 材料

1.1 仪器

1260型高效液相色谱仪、Cary 100型紫外-可见分光光度计(美国Agilent公司); FA1004B型万分之一电子天平(温州瑞昕仪器有限公司); BT25S型十万分之一电子天平(德国Sartorius公司); 101-3AB型烘箱(天津市泰斯特仪器有限公司); WK-1000A型高速粉碎机(潍坊市北方制药设备制造有限公司)。

1.2 药品与试剂

大接骨丹药材不同部位(根皮、树皮、叶)采集自贵州省都匀市杉木湖沟渠, 采集时间为2017年1—12月(本研究开展于2018年3—6月), 每个自然月的15日各采集药材样本1次(采集信息见表1), 样品经黔南民族医学高等专科学校药学系韩忠耀副教授鉴定分别为山茱萸科植物有齿鞘柄木 [*T. angulata* Oliv. var. *intermedia* (Harms) Hu] 的根皮、树皮和叶; 紫丁香苷对照品(北京盛世康普化工技术研究院, 批号: 161214, 纯度: $\geq 98\%$); 芦丁对照品(成都曼思特生物科技有限公司, 批号: MUST-17122001, 纯度: $\geq 98\%$); 乙腈(天津科密欧化学试剂有限公司, 色谱纯); 其余试剂均为分析纯, 水

为纯净水(浙江娃哈哈集团有限公司,批号:20180407)。

表1 大接骨丹药材采集信息

Tab 1 Collection information of *T. angulata*

| 采集时间 | 不同用药品部位编号 | | |
|------------|-----------|-----|-----|
| | 根皮 | 树皮 | 叶 |
| 2017-01-15 | G1 | S1 | 未采集 |
| 2017-02-15 | G2 | S2 | 未采集 |
| 2017-03-15 | G3 | S3 | 未采集 |
| 2017-04-15 | G4 | S4 | Y4 |
| 2017-05-15 | G5 | S5 | Y5 |
| 2017-06-15 | G6 | S6 | Y6 |
| 2017-07-15 | G7 | S7 | Y7 |
| 2017-08-15 | G8 | S8 | Y8 |
| 2017-09-15 | G9 | S9 | Y9 |
| 2017-10-15 | G10 | S10 | Y10 |
| 2017-11-15 | G11 | S11 | Y11 |
| 2017-12-15 | G12 | S12 | Y12 |

2 方法与结果

2.1 样品预处理

将采集的药材样品于烘箱 55 °C 低温烘干,打粉,过 65 目药筛,备用。

2.2 紫丁香苷含量测定方法的建立

2.2.1 对照品溶液的制备 取紫丁香苷对照品适量,精密称定,置于 50 mL 量瓶中,加入甲醇适量,超声(功率:500 W,频率:40 kHz)2 min 溶解,再加入甲醇稀释至刻度,摇匀,得质量浓度为 0.171 2 mg/mL 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 分别取 G1~G12 批次根皮、S1~S12 批次树皮和 Y4~Y12 批次叶各 1.0 g,精密称定,置于圆底烧瓶中,分别加入甲醇 100 mL,称定质量,水浴回流提取 1 h,放冷,加甲醇补足减失的质量,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 色谱条件与系统适用性试验 色谱条件参考前期建立的方法^[16],并结合文献方法^[17-20]进行优化后设定。色谱柱为 Agela Promosil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为 0.5% 磷酸溶液(A)-乙腈(B),梯度洗脱(0~10 min,91.00% A;10~15 min,91.00% A→88.40% A;15~20 min,88.40% A→30.00% A;20~25 min,30.00% A;25~25.1 min,30.00% A→91.00% A;25.1~30 min,91.00% A);流速为 1.0 mL/min;检测波长为 210 nm;柱温为 35 °C;进样量为 5 μL。取“2.2.1”项下对照品溶液和“2.2.2”项下供试品溶液(样品编号:G1)适量,并以甲醇为空白对照,按此色谱条件进样分析,记录色谱图。结果显示,待测成分峰与相邻峰间的分离度大于 1.50、拖尾因子介于 0.95~1.05 之间,理论板数按紫丁香苷峰不低于 4 000,且空白对照无干扰,色谱图见图 1。

2.2.4 线性关系考察 取紫丁香苷对照品适量,按“2.2.1”项下方法制备质量浓度为 1.918 0 mg/mL 的对照品贮备液。精密量取该贮备液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL,分别置于不同 10 mL 棕色量瓶中,用甲醇稀释至

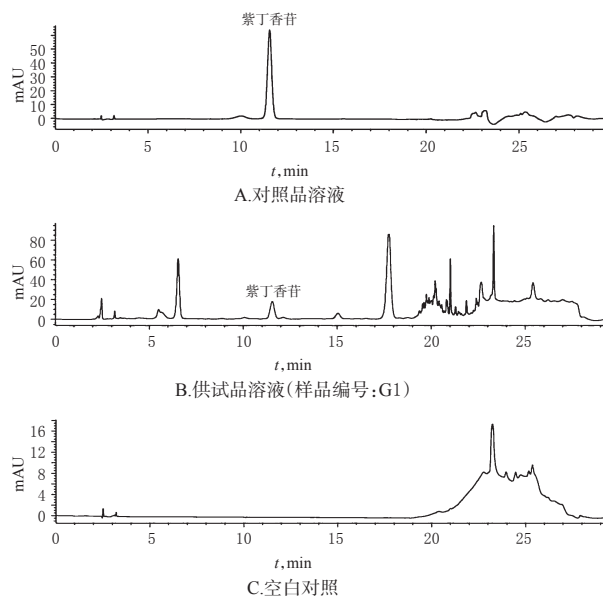


图1 高效液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

刻度,摇匀,按“2.2.3”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以峰面积为纵坐标(y)、溶液的质量浓度为横坐标(x)进行线性回归,得到紫丁香苷的回归方程为 $y = 1.375 3x + 0.002 4$ ($r = 0.999 6$),表明紫丁香苷质量浓度的线性范围为 0.095 9~1.150 8 mg/mL。

2.2.5 精密度试验 精密吸取“2.2.1”项下对照品溶液,按“2.2.3”项下色谱条件下连续进样 6 次,记录峰面积。结果,紫丁香苷峰面积的 RSD 为 2.16% ($n = 6$),表明仪器精密度良好。

2.2.6 稳定性试验 取“2.2.2”项下同一个供试品溶液(样品编号:G1)适量,于室温下放置 0、2、6、10、12、24 h 时,分别按“2.2.3”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,紫丁香苷峰面积的 RSD 为 2.34% ($n = 6$),表明供试品溶液在室温条件下 24 h 内稳定。

2.2.7 重复性试验 取同一批次药材(样品编号:G1)粉末 1.0 g,共 6 份,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,然后按“2.2.3”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并根据外标法计算紫丁香苷含量。结果,紫丁香苷含量的 RSD 为 2.67% ($n = 6$),表明该方法重复性较好。

2.2.8 加样回收率试验 取同一批次已知含量的药材(样品编号:G1)粉末 0.5 g,精密称定,共 6 份,分别置于圆底烧瓶中,精密加入 5.0 mL 紫丁香苷对照品溶液[紫丁香苷质量浓度为 0.134 26 mg/mL(取“2.2.4”项下对照品贮备液适量以甲醇稀释制得)],称定质量;再分别加入 95 mL 甲醇,水浴回流提取 1 h,放冷,加甲醇补足减失的质量,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,按“2.2.3”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,根据外标法计算紫丁香苷含量,并计算其加样回收率。结果,紫丁香苷的平均加样回收率为 101.74%,RSD 为 1.39%

($n=6$),表明该方法准确度较好。加样回收率试验结果见表2。

表2 加样回收率试验结果
Tab 2 Results of recovery tests

| 测定成分 | 称样量, g | 样品中含 量, μg | 加入量, μg | 测得量, μg | 加样回收 率, % | 平均加样回 收率, % | RSD, % |
|------|---------|--------------------------|-----------------------|-----------------------|--------------|----------------|-----------|
| 紫丁香苷 | 0.502 1 | 0.682 9 | 0.671 3 | 1.359 7 | 100.81 | 101.74 | 1.39 |
| | 0.501 6 | 0.682 2 | 0.671 3 | 1.372 6 | 102.80 | | |
| | 0.504 9 | 0.686 7 | 0.671 3 | 1.357 2 | 99.88 | | |
| | 0.503 7 | 0.685 0 | 0.671 3 | 1.382 1 | 103.77 | | |
| | 0.507 6 | 0.690 3 | 0.671 3 | 1.369 5 | 101.14 | | |
| | 0.505 2 | 0.687 1 | 0.671 3 | 1.372 6 | 102.07 | | |

2.3 总黄酮含量测定方法的建立

2.3.1 芦丁对照品溶液的制备 取芦丁对照品适量,精密称定,置于50 mL量瓶中,加50%乙醇适量,超声(功率:500 W,频率:40 kHz)2 min溶解后,再加入50%乙醇稀释至刻度,摇匀,得到质量浓度为0.361 0 mg/mL的芦丁对照品溶液。

2.3.2 供试品溶液的制备 取“2.2.2”项下各供试品溶液,每份样品精密量取5 mL,置于50 mL量瓶中,按文献方法^[11],分别用5%亚硝酸钠溶液、10%硝酸铝溶液、4%氢氧化钠溶液依次进行衍生化后,即得。

2.3.3 方法学考察 (1)标准曲线的绘制:精密吸取芦丁对照品溶液0.2、0.4、0.8、1.0、2.0、3.0 mL,分别置于10 mL量瓶中,用50%乙醇稀释到刻度,摇匀。按文献方法^[11]进行预处理,然后在510 nm最大吸收波长下进行测定,并以50%乙醇为空白进行调零,然后以芦丁质量浓度(c , mg/mL)为横坐标、吸光度(A)为纵坐标进行线性回归,得到芦丁的回归方程为 $A=11.527\ 89c+0.049\ 78$ ($r=0.999\ 9$),表明芦丁质量浓度在0.072 2~1.083 0 mg/mL范围内线性关系良好。(2)其他方法学考察:按文献方法^[11]依次进行总黄酮含量测定的精密性、稳定性和重复性考察。结果,精密性(室温22 ℃、2 h)、重复性试验的RSD依次为2.85%、2.16%、2.49% ($n=6$),平均加样回收率为99.63% (RSD=2.19%, $n=6$),符合含量测定相关要求。

2.4 不同采收期大接骨丹中紫丁香苷和总黄酮含量比较分析

取“2.2.1”项下对照品溶液、“2.2.2”项下各批次样品的供试品溶液,分别按“2.2.3”项下色谱条件进样分析,记录峰面积,并根据外标法计算出样品中紫丁香苷含量。分别取“2.3.2”项下各批次样品的供试品溶液,用紫外-可见分光光度计在510 nm波长处进行检测,根据标准曲线计算样品中总黄酮含量。每个样品均重复测定3次。结果显示,在不同采收期内,大接骨丹根皮、树皮、叶部位中紫丁香苷含量分别在8、5、9月最高,总黄酮含量分别在2、12、9月最高。在3个用药部位中,树皮部位

中紫丁香苷含量总体上相对较高,根皮部位次之,叶部位相对较低甚至检测不到;总黄酮含量大小依次为根皮>树皮>叶,且3个用药部位中总黄酮含量均普遍较低。同时,在3个不同用药部位中,根皮部位中总黄酮含量在当年2月最高,且当月根皮部位中紫丁香苷含量仅次于当年8月,含量也相对较高;树皮部位中紫丁香苷含量在5月达到峰值,且当月树皮部位中总黄酮含量仅次于当年10、12月,相对较高;叶部位中紫丁香苷含量和总黄酮含量均在当年9月最高。不同采收期大接骨丹根皮、树皮、叶中紫丁香苷和总黄酮含量测定结果见表3、图2。

表3 不同采收期大接骨丹3个部位中紫丁香苷和总黄酮含量测定结果($\bar{x}\pm s, n=3$)

Tab 3 Results of content determination of syringin and total flavonoids in 3 medicinal parts of *T. angulata* during different harvesting periods ($\bar{x}\pm s, n=3$)

| 采收日期 | 紫丁香苷, mg/g | | | 总黄酮, $\mu\text{g/g}$ | | |
|------------|------------|------------|-----------|----------------------|-----------------|----------------|
| | 根皮 | 树皮 | 叶 | 根皮 | 树皮 | 叶 |
| 2017-01-15 | 1.36±0.01 | 6.14±0.23 | - | 0.078 4±0.000 3 | 0.043 8±0.000 4 | - |
| 2017-02-15 | 3.56±0.09 | 6.42±0.39 | - | 0.216 8±0.000 2 | 0.046 1±0.000 3 | - |
| 2017-03-15 | 3.05±0.03 | 8.03±0.05 | - | 0.101 1±0.000 1 | 0.041 9±0.000 8 | - |
| 2017-04-15 | 3.01±0.03 | 15.52±0.22 | 0.14±0.01 | 0.059 0±0.000 3 | 0.043 5±0.000 6 | 0.0258±0.000 3 |
| 2017-05-15 | 3.05±0.02 | 26.03±0.12 | - | 0.063 6±0.000 6 | 0.051 5±0.000 9 | 0.0283±0.000 5 |
| 2017-06-15 | 1.89±0.02 | 12.17±0.15 | 0.11±0.02 | 0.058 7±0.001 1 | 0.041 3±0.000 6 | 0.0312±0.000 3 |
| 2017-07-15 | 3.49±0.04 | 18.39±0.02 | 0.11±0.01 | 0.064 4±0.000 2 | 0.042 0±0.000 2 | 0.0330±0.000 2 |
| 2017-08-15 | 4.87±0.05 | 10.13±0.04 | - | 0.088 3±0.000 3 | 0.044 9±0.000 6 | 0.0252±0.000 2 |
| 2017-09-15 | 2.02±0.06 | 15.96±0.14 | 0.15±0.02 | 0.059 0±0.000 1 | 0.050 8±0.000 5 | 0.0418±0.000 8 |
| 2017-10-15 | 1.27±0.02 | 18.83±0.03 | 0.11±0.03 | 0.054 7±0.000 7 | 0.053 9±0.000 8 | 0.0280±0.000 3 |
| 2017-11-15 | 1.72±0.02 | 20.65±0.08 | 0.11±0.01 | 0.066 2±0.000 5 | 0.046 6±0.000 6 | 0.0323±0.000 3 |
| 2017-12-15 | 2.08±0.04 | 18.01±0.01 | 0.14±0.01 | 0.048 8±0.001 4 | 0.061 2±0.000 3 | 0.0038±0.000 1 |

注:“-”表示未检出

Note:“-” means not detected

3 讨论

在预试验中,笔者考察了回流提取法、超声提取法、浸渍法、渗漉法等不同提取方法及甲醇、水、10%乙醇~90%乙醇、无水乙醇等不同提取溶剂对样品中次生代谢产物紫丁香苷、总黄酮含量的影响,最终确定以甲醇为溶剂、采用水浴回流提取的方法进行提取,该方法简便易行、提取率高且相对稳定。此外,笔者利用二极管阵列(DAD)检测器检测3个用药部位中紫丁香苷含量时,分别考察了在8个检测波长(210、220、230、240、250、260、270、280 nm)下的测定效果,结果在210 nm波长下紫丁香苷色谱峰的峰面积相对较大、峰形较好,且分离度较高,大接骨丹根皮、树皮、叶样品均能得到较好的检测效果。因此,最终确定210 nm作为本研究中紫丁香苷HPLC法含量测定时的检测波长。

通常,确定药材最佳采收期时,在综合考虑不同采收期内各指标性成分含量的同时,还需考虑药材的最高

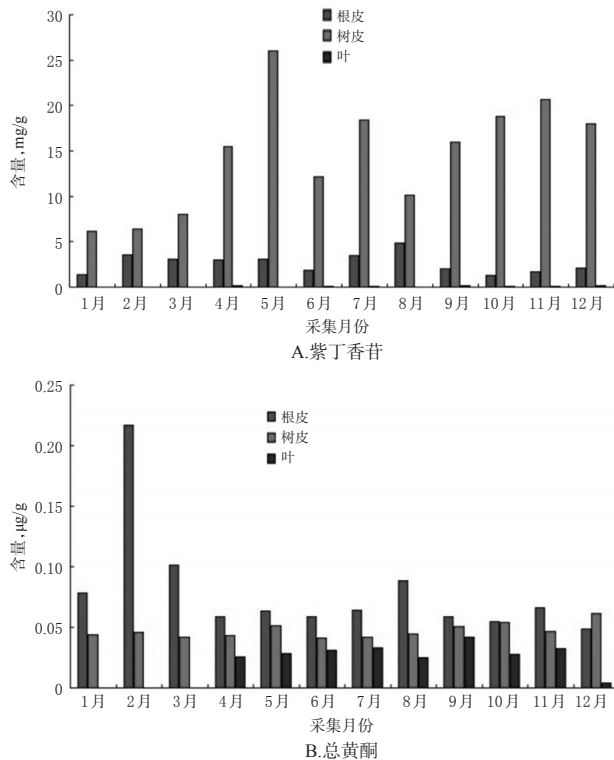


图2 不同采收期内大接骨丹3个部位中紫丁香苷和总黄酮含量的经时变化图

Fig 2 Ongoing change diagram of the contents of syringin and total flavonoids from different medicinal parts of *T. angulata* during different harvesting periods

或相对较高的生物产量。但由于本研究中中药材样本属于乔木,为多年生木本植物,与草本植物相比,计算其生物产量难度相对较高,故本研究在确定各药用部位最佳采收期时未将生物产量作为其评价指标。大接骨丹在民间以鲜品绞汁或捣烂外敷应用居多,药材采集较为随机,无固定采收季节,民族医疗机构临床用药时应注重药用部位及其有效成分的含量,可考虑固定采收季节以确保其临床疗效。结合本研究结果综合考虑,建议大接骨丹根皮部位在2月采收为宜,树皮部位在5月采收为宜,叶部位在9月采收为宜。

综上,本文通过对不同采收期大接骨丹药材不同药用部位中紫丁香苷、总黄酮含量为代表的次生代谢产物经时变化特征的研究,揭示了该药材次生代谢产物动态积累规律,为该药材后期的开发利用及临床应用提供了科学依据,同时也为其质量控制提供了基础。

参考文献

[1] 贵阳医学院.中华本草:苗药卷[M].贵阳:贵州科技出版社,2005:164.
 [2] 贵州省药品监督管理局.贵州省中药材、民族药材质量标

准[S].贵阳:贵州科技出版社,2003:107.
 [3] 湖北省卫生局.湖北中草药志:二[M].武汉:湖北人民出版社,1982:677.
 [4] 吴少华,马云保,罗晓东,等.大接骨丹的化学成分[J].云南植物研究,2000,22(2):214-218.
 [5] 张锦文,郭洁茹,唐菲,等.大接骨丹化学成分研究[J].中药材,2010,33(11):1725-1727.
 [6] 王燕燕,涂念,张勇慧,等.大接骨丹化学成分研究:II[J].中草药,2009,40(10):1551-1553.
 [7] 张锦文,郭洁茹,唐菲,等.大接骨丹化学成分研究:III[J].中草药,2011,42(1):15-17.
 [8] 王晶.大接骨丹免疫活性成分研究[D].武汉:华中科技大学,2008.
 [9] 涂念.大接骨丹免疫调节活性成分研究[D].武汉:华中科技大学,2009.
 [10] 陈华栋,张锦文,张勇慧.大接骨丹干燥树皮抗炎镇痛活性有效部位筛选[J].海峡药学,2012,24(2):29-30.
 [11] 秦淑红,朱爱华.紫丁香苷抗肿瘤活性筛选及作用机制研究[J].安徽农业科学,2018,46(14):107-108、112.
 [12] 姜月红,王燕颖.紫丁香苷对大鼠肝缺血再灌注损伤保护作用研究的初步研究[J].中国实验诊断学,2016,20(3):359-361.
 [13] 刘香萍.紫丁香主要活性成分制备及抗氧化应激活性评价[D].哈尔滨:东北林业大学,2013.
 [14] 陈丛瑾,王琪,李欣.黄酮类化合物抗氧化和抑菌生物活性研究进展[J].中国药房,2011,22(35):3346-3348.
 [15] 严安定,宋帅,孙银华,等.凤丹皮中丹皮酚类和芍药苷类成分含量的经时变化特征分析[J].中药材,2019,42(3):541-544.
 [16] 韩忠耀,李燕,李方方,等. RP-HPLC法测定黔产大接骨丹根皮药材中紫丁香苷的含量[J].中国民族民间医药,2017,26(4):30-32、37.
 [17] 韩忠耀,余跃生,袁开伦,等.基于信息熵赋权法优化苗药水冬瓜根皮药材提取工艺[J].中药材,2019,42(2):390-392.
 [18] 王小艳,向宇楠,高洁,等.藏药四味姜黄汤中10种有效成分含量测定及其煎煮工艺优化[J].中国药房,2020,31(8):913-919.
 [19] 梁梓敏,覃洁萍,郭海姣,等.一测多评法同时测定芒果止咳片中6种药效成分的含量[J].中国药房,2020,31(8):963-968.
 [20] 严华,魏锋,马双成.蒲黄不同药用部位的质量比较[J].中国药房,2020,31(7):805-810.

(收稿日期:2020-04-18 修回日期:2020-07-09)

(编辑:林 静)