

HPLC法同时测定续断药材中7个成分的含量[△]

杨昌贵^{1*}, 龚安慧², 张成刚¹, 肖承鸿¹, 凡迪³, 周涛^{1#}(1. 贵州中医药大学中药民族药资源研究院, 贵阳 550025; 2. 贵州健康职业学院药学院, 贵州 铜仁 554300; 3. 贵州省农作物技术推广总站, 贵阳 550001)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2022)06-0680-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2022.06.06



摘要 目的 建立同时测定续断药材中6个环烯醚萜类成分(马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、续断苷B、续断苷A、林生续断苷I)和1个三萜皂苷类成分(川续断皂苷VI)含量的方法。方法 采用高效液相色谱(HPLC)法。以Symmetry[®] C₁₈为色谱柱,以乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相进行梯度洗脱,检测波长为212 nm(川续断皂苷VI)、237 nm(续断苷B、续断苷A、当药苷、马钱苷酸、林生续断苷I、马钱子苷),柱温为30 ℃,流速为1.0 mL/min,进样量为20 μL。结果 马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷I、续断苷B、续断苷A、川续断皂苷VI检测质量浓度的线性范围分别为399.24~931.56、50.30~150.90、48.24~168.84、27.00~70.20、12.93~38.80、40.64~121.92、42.08~147.28 μg/mL(*r*均大于0.999 0);精密性、重复性、稳定性(24 h)试验的RSD均小于2%;平均加样回收率分别为104.43% (RSD=0.63%, *n*=6)、101.74% (RSD=1.11%, *n*=6)、100.76% (RSD=1.06%, *n*=6)、98.00% (RSD=1.58%, *n*=6)、99.03% (RSD=2.31%, *n*=6)、102.93% (RSD=2.26%, *n*=6)、102.31% (RSD=1.00%, *n*=6);含量分别为142.5~280.6、5.5~49.0、28.0~112.9、7.2~35.8、4.4~16.9、17.2~79.3、0.8~54.5 mg/g。结论 所建含量测定方法准确、可靠,可用于续断药材中7个成分的含量测定。

关键词 续断;含量测定;高效液相色谱法;三萜皂苷;环烯醚萜

Simultaneous determination of 7 components in *Dipsacus asper* by HPLC

YANG Changgui¹, GONG Anhui², ZHANG Chenggang¹, XIAO Chenghong¹, FAN Di³, ZHOU Tao¹(1. Institute of Traditional Chinese Medicine and Ethnic Medicine Resources, Guizhou University of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550025, China; 2. Dept. of Pharmacy, Guizhou Health Vocational College, Guizhou Tongren 554300, China; 3. Guizhou Crop Technology Promotion Station, Guiyang 550001, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE** To establish the method for the simultaneous determination of six iridoids (loganin, loganic acid, sweroside, dipsanoside B, dipsanoside A, sylvestroside I) and one triterpene saponin (asperosaponin VI) in *Dipsacus asper*. **METHODS** High performance liquid chromatography (HPLC) method was adopted. The determination was performed on Symmetry[®] C₁₈ column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelengths were set at 212 nm (asperosaponin VI) and 237 nm (dipsanoside B, dipsanoside A, sweroside, loganic acid, sylvestroside I, loganin). The column temperature was set at 30 ℃, and sample size was 20 μL. **RESULTS** The linear range of loganic acid, loganin, sweroside, sylvestroside I, dipsanoside B, dipsanoside A and asperosaponin VI were 399.24-931.56, 50.30-150.90, 48.24-168.84, 27.00-70.20, 12.93-38.80, 40.64-121.92, 42.08-147.28 μg/mL (all *r*>0.999 0). RSDs of precision, reproducibility and stability tests (24 h) were all less than 2%. Average recoveries were 104.43% (RSD=0.63%, *n*=6), 101.74% (RSD=1.11%, *n*=6), 100.76% (RSD=1.06%, *n*=6), 98.00% (RSD=1.58%, *n*=6), 99.03% (RSD=2.31%, *n*=6), 102.93% (RSD=2.26%, *n*=6), 102.31% (RSD=1.00%, *n*=6), respectively. The contents were 142.5-280.6, 5.5-49.0, 28.0-112.9, 7.2-35.8, 4.4-16.9, 17.2-79.3, 0.8-54.5 mg/g, respectively. **CONCLUSIONS** Established method is accurate and reliable, and can be used for the content determination of 7 components in *D. asper*.

KEYWORDS *Dipsacus asper*; content determination; high performance liquid chromatography; triterpene saponins; iridoids

续断为川续断科植物川续断 *Dipsacus asper* Wall. ex Henry 的干燥根,现收载于2020年版《中国药典》

[△] 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.81860675);贵州省科技计划项目(No.黔科合基础[2019]1026号);贵州省教育厅创新群体重大项目(No.黔教合KY字[2018]022)

* 实验师,硕士。研究方向:中药质量分析与安全评价。电话:0851-88121697。E-mail:1101784323@qq.com

通信作者:教授,博士。研究方向:中药资源学。电话:0851-88121697。E-mail:taozhou88@163.com

(一部),具有补肝肾、强筋骨、续折伤、止崩漏的功效,用于治疗肝肾不足、筋骨骨折、胎漏等症^[1]。川续断资源丰富,广泛分布于我国贵州、湖北、湖南、江西、广西、云南、四川和西藏等地^[2]。有研究表明,续断主要含有三萜皂苷类、环烯醚萜类、生物碱类、挥发油类成分^[3]。其中,三萜皂苷类和环烯醚萜类成分为该药材的主要药效成分^[4]。三萜皂苷类成分主要包括川续断皂苷VI、川续断皂苷IX、川续断皂苷X、川续断皂苷XI、灰毡毛忍冬皂苷

甲、灰毡毛忍冬皂苷乙等^[4-5],具有修复和愈合骨损伤的作用^[6-7],尤以川续断皂苷VI的研究较为深入。现代药理研究表明,川续断皂苷VI可通过抑制软骨基质蛋白多糖分解来降低关节腔内炎症介质的表达,从而阻止关节软骨形态改变,延缓关节退变^[8-10]。环烯醚萜类化合物的主要成分为当药苷、马钱苷酸、马钱子苷、续断苷A、续断苷B、林生续断苷I等^[4],具有促进骨伤愈合、改善学习记忆、提高脑组织抗氧化的作用^[10-12]。

2020年版《中国药典》(一部)规定了续断药材中川续断皂苷VI的含量不得少于2.0%,同时亦规定了水分、总灰分、酸不溶性灰分分别不得过10.0%、12.0%、3.0%,水溶性浸出物不得少于45.0%^[1]。此外,有学者对续断的质量进行了评价;冯汪银等^[13]以川续断皂苷VI为质量评价指标,比较了不同等级续断药材的质量差异;魏庆红等^[14]以川续断皂苷VI和总皂苷含量为评价指标,探讨了不同加工工艺对续断药材质量的影响。但上述研究的评价指标较为单一,不能全面表征药材的整体质量;加之续断药材所含药效成分复杂,除川续断皂苷VI外,马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、续断苷A、续断苷B及林生续断苷I这6个环烯醚萜类成分在续断药材中的含量也较高,且目前尚未见基于环烯醚萜类成分的质量报道。基于此,本研究拟采用高效液相色谱(high performance liquid chromatography, HPLC)法建立同时测定续断药材中6个环烯醚萜类成分(马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、续断苷B、续断苷A及林生续断苷I)和1个三萜皂苷类成分(川续断皂苷VI)含量的方法,旨在为续断药材的质量控制提供参考。

1 材料

1.1 主要仪器

本研究所用主要仪器有e2695型HPLC仪及配备的四元梯度输液泵、二极管阵列检测器、自动进样器和柱温箱(美国Waters公司),ME204型电子分析天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司],101-2AB型超声清洗机(天津市泰斯特仪器有限公司)等。

1.2 主要药品与试剂

马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷I、续断苷B、续断苷A、川续断皂苷VI对照品均由山东省分析测试中心制备,通过核磁共振氢谱(¹H nuclear magnetic resonance, ¹H-NMR)、核磁共振碳谱(¹³C nuclear magnetic resonance, ¹³C-NMR)、质谱(mass spectrometry, MS)法验证结构,并经HPLC法检测纯度均大于98%(面积归一化法);乙腈、甲醇均为色谱纯,乙醇、磷酸均为分析纯,水为重蒸馏水。

6批续断药材(编号S-01~S-06)经贵州中医药大学药学院江维克教授鉴定为川续断科植物川续断*D. asper* Wall. ex Henry的干燥根。6批续断药材的来源信息见表1。

表1 6批续断药材的来源信息

编号	产地/购买地	编号	产地/购买地
S-01	贵州威宁彝族回族苗族自治县	S-04	成都荷花池药材市场
S-02	贵州修文县	S-05	广州清平药材市场
S-03	贵阳太升药材市场	S-06	安徽亳州药材市场

2 方法与结果

2.1 色谱条件

以Symmetry[®] C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm)为色谱柱,以乙腈(A)-0.1%磷酸溶液(B)为流动相进行梯度洗脱(0~5 min, 10% A; 5~12 min, 10% A→13.3% A; 12~23 min, 13.3% A; 23~45 min, 13.3% A→37% A; 45~55 min, 37% A);检测波长为212 nm(川续断皂苷VI)、237 nm(续断苷B、续断苷A、当药苷、马钱苷酸、林生续断苷I、马钱子苷);柱温为30℃;流速为1.0 mL/min;进样量为20 μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 供试品溶液 取续断药材样品细粉,约0.5 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加入20%乙醇25 mL,密塞,称定质量,浸泡30 min后超声(功率100 W,频率40 kHz)处理30 min,放冷,再次称定质量,用20%乙醇补足减失的质量,摇匀,滤过,精密量取续滤液5 mL,置于25 mL量瓶中,用20%乙醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.2 对照品溶液 取各对照品适量,精密称定,用甲醇溶解,制成马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷I、续断苷B、续断苷A、川续断皂苷VI质量浓度分别为6.654、2.012、2.412、1.080、0.970、2.032、3.156 mg/mL的单一对照品储备液。分别精密吸取上述各单一对照品储备液1.5、0.9、0.8、0.9、0.4、0.8、0.4 mL,置于同一20 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,得马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷I、续断苷B、续断苷A、川续断皂苷VI质量浓度分别为499.05、90.54、96.48、48.60、19.40、81.28、63.12 μg/mL的混合对照品溶液。

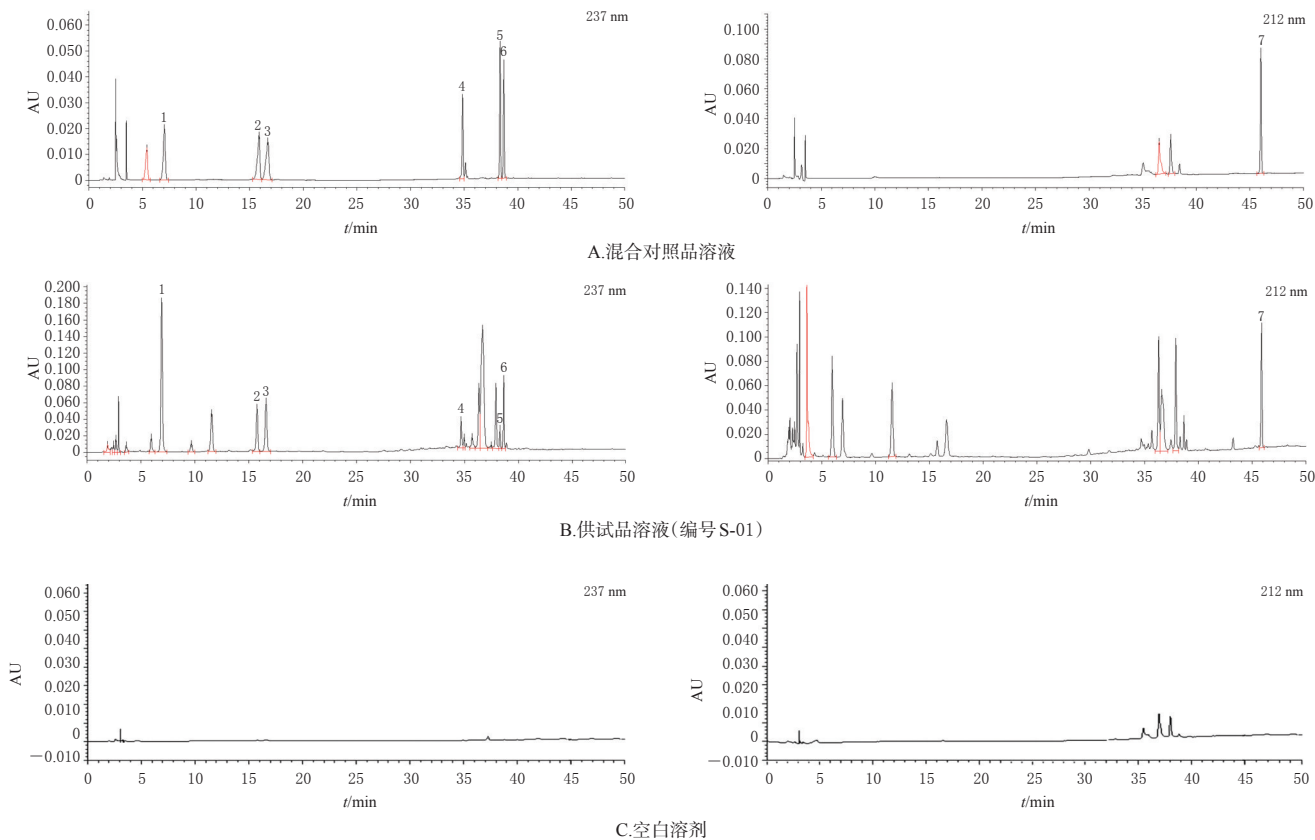
2.2.3 空白溶剂 以20%乙醇为空白溶剂。

2.3 系统适用性试验

取“2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液、空白溶剂,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图,详见图1。由图1可知,在该色谱条件下,理论板数按马钱苷酸峰计均不低于5 000,各色谱峰与相邻色谱峰的分离度均大于1.5,各成分测定不受其他组分的干扰,空白溶剂对测定无干扰。

2.4 线性关系考察

精密吸取“2.2.2”项下马钱苷酸对照品储备液0.9、1.2、1.5、1.8、2.1 mL,置于15 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为399.24、532.32、665.40、798.48、931.56 μg/mL的马钱苷酸系列工作溶液;精密吸取马钱子苷对照品储备液0.5、0.7、0.9、1.1、1.5 mL,置于20 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为50.30、70.42、90.54、110.66、150.90 μg/mL的马钱子苷系



1: 马钱苷酸; 2: 马钱子苷; 3: 当药苷; 4: 林生续断苷 I; 5: 续断苷 B; 6: 续断苷 A; 7: 川续断皂苷 VI

图1 马钱苷酸等成分混合对照品溶液、供试品溶液和空白溶剂的HPLC图

列工作溶液;精密吸取当药苷对照品储备液0.4、0.6、0.8、1.0、1.4 mL,置于20 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为48.24、72.36、96.48、120.60、168.84 $\mu\text{g/mL}$ 的当药苷系列工作溶液;精密吸取林生续断苷 I 对照品储备液0.5、0.7、0.9、1.1、1.3 mL,置于20 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为27.00、37.80、48.60、59.40、70.20 $\mu\text{g/mL}$ 的林生续断苷 I 系列工作溶液;精密吸取续断苷 B 对照品储备液0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 mL,置于15 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为12.93、19.40、25.87、32.33、38.80 $\mu\text{g/mL}$ 的续断苷 B 系列工作溶液;精密吸取续断苷 A 对照品储备液0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mL,置于20 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为40.64、60.96、81.28、101.60、121.92 $\mu\text{g/mL}$ 的续断苷 A 系列工作溶液;精密吸取川续断皂苷 VI 对照品储备液0.2、0.3、0.4、0.5、0.7 mL,置于15 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,制得质量浓度分别为42.08、63.12、84.16、105.2、147.28 $\mu\text{g/mL}$ 的川续断皂苷 VI 系列工作溶液。取各工作溶液按“2.1”项下色谱条件进样测定,以各待测成分质量浓度(x)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,结果见表2。

2.5 精密度试验

取“2.2.2”项下混合对照品溶液适量,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果显示,马钱

表2 马钱苷酸等成分的回归方程与线性范围

待测成分	回归方程	r	线性范围/ $(\mu\text{g/mL})$
马钱苷酸	$Y=19\ 111\ 559.8x-615\ 432.9$	0.999 7	399.24~931.56
马钱子苷	$Y=23\ 034\ 188.5x-5\ 865.8$	0.999 8	50.30~150.90
当药苷	$Y=24\ 961\ 406.0x-42\ 888.3$	0.999 9	48.24~168.84
林生续断苷 I	$Y=22\ 273\ 713.8x-1\ 525.2$	0.999 7	27.00~70.20
续断苷 B	$Y=32\ 356\ 479.4x-34\ 673.4$	0.999 6	12.93~38.80
续断苷 A	$Y=26\ 443\ 355.4x-39\ 801.2$	0.999 6	40.64~121.92
川续断皂苷 VI	$Y=3\ 930\ 612.2x-2\ 492.2$	0.999 5	42.08~147.28

苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷 I、续断苷 B、续断苷 A、川续断皂苷 VI 峰面积的 RSD 分别为 0.51%、0.49%、0.44%、0.33%、0.33%、0.47%、0.84% ($n=6$),表明仪器精密度高。

2.6 稳定性试验

取“2.2.1”项下供试品溶液(编号 S-01),分别于室温下放置 0、2、4、6、12、24 h 时按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果显示,马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷 I、续断苷 B、续断苷 A、川续断皂苷 VI 峰面积的 RSD 分别为 0.35%、1.56%、1.18%、1.89%、0.72%、1.94%、1.52% ($n=6$),表明供试品溶液于室温下放置 24 h 内稳定性良好。

2.7 重复性试验

精密称取续断药材(编号 S-01)粉末,每份约 0.5 g,共 6 份,按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并按标准曲线法计

算样品含量。结果显示,马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷 I、续断苷 B、续断苷 A、川续断皂苷 VI 含量的 RSD 分别为 1.20%、1.70%、1.78%、1.58%、1.78%、0.44%、1.36% ($n=6$),表明方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验

取已知含量的续断药材(编号 S-01)粉末,每份约 0.25 g,共 6 份,精密称定,置于 100 mL 锥形瓶中,分别精密加入“2.2.2”项下各单一对照品储备液 5.5、2.6、2.9、1.6、1.1、2.1、2.6 mL,按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算加样回收率,结果见表 3。

表 3 马钱苷酸等成分的加样回收率试验结果($n=6$)

待测成分	称样量/ g	已知量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	加样回收率/ %	平均加样回收率/ %	RSD/ %
马钱苷酸	0.251 3	37.041 6	36.597 0	75.508 7	105.11	104.43	0.63
	0.252 8	37.262 7	36.597 0	75.755 4	105.18		
	0.252 7	37.248 0	36.597 0	75.246 6	103.83		
	0.253 1	37.306 9	36.597 0	75.649 6	104.77		
	0.252 9	37.277 5	36.597 0	75.294 4	103.88		
	0.253 5	37.365 9	36.597 0	75.364 6	103.83		
马钱子苷	0.251 6	5.384 2	5.231 2	10.676 6	101.17	101.74	1.11
	0.250 5	5.360 7	5.231 2	10.737 3	102.78		
	0.250 5	5.360 7	5.231 2	10.689 7	101.87		
	0.251 5	5.382 1	5.231 2	10.787 0	103.32		
	0.250 2	5.354 3	5.231 2	10.628 4	100.82		
	0.253 4	5.422 8	5.231 2	10.678 0	100.46		
当药苷	0.251 8	7.050 4	6.994 8	14.022 1	99.67	100.76	1.06
	0.252 3	7.064 4	6.994 8	14.040 3	99.73		
	0.253 3	7.092 4	6.994 8	14.134 8	100.68		
	0.251 0	7.028 0	6.994 8	14.149 4	101.81		
	0.249 8	6.994 4	6.994 8	14.018 6	100.42		
	0.250 8	7.022 4	6.994 8	14.175 3	102.26		
林生续断苷 I	0.250 7	1.805 0	1.728 0	3.516 3	99.03	98.00	1.58
	0.250 3	1.802 2	1.728 0	3.515 8	99.17		
	0.252 4	1.817 3	1.728 0	3.505 2	97.68		
	0.251 7	1.812 2	1.728 0	3.492 5	97.24		
	0.252 2	1.815 8	1.728 0	3.534 9	99.48		
	0.252 9	1.820 9	1.728 0	3.469 7	95.42		
续断苷 B	0.251 0	1.104 4	1.067 0	2.127 1	95.85	99.03	2.31
	0.251 0	1.104 4	1.067 0	2.190 2	101.76		
	0.251 9	1.108 4	1.067 0	2.147 6	97.39		
	0.251 9	1.108 4	1.067 0	2.156 4	98.22		
	0.251 7	1.107 5	1.067 0	2.172 0	99.77		
	0.251 2	1.105 3	1.067 0	2.184 9	101.18		
续断苷 A	0.250 3	4.305 2	4.267 2	8.740 5	103.94	102.93	2.26
	0.249 9	4.298 3	4.267 2	8.772 9	104.86		
	0.252 1	4.336 1	4.267 2	8.742 4	103.26		
	0.251 6	4.327 5	4.267 2	8.672 0	101.81		
	0.250 2	4.303 4	4.267 2	8.781 0	104.93		
	0.252 1	4.336 1	4.267 2	8.552 1	98.80		
川续断皂苷 VI	0.250 3	8.159 8	8.205 6	16.524 6	101.94	102.31	1.00
	0.250 3	8.159 8	8.205 6	16.528 7	101.99		
	0.250 8	8.176 1	8.205 6	16.485 9	101.27		
	0.251 7	8.205 4	8.205 6	16.598 1	102.28		
	0.251 0	8.182 6	8.205 6	16.739 4	104.28		
	0.249 7	8.140 2	8.205 6	16.517 3	102.09		

2.9 样品含量测定

精密称取 6 批续断药材粉末,各约 0.5 g,按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并按标准曲线法计算样品含量(质量浓度若超出线性范围,则适当稀释或浓缩)。每样品平行操作 5 次,取平均值,结果见表 4。

表 4 6 批续断药材中马钱苷酸等成分的含量测定结果($n=5$, mg/g)

编号	马钱苷酸	马钱子苷	当药苷	林生续断苷 I	续断苷 B	续断苷 A	川续断皂苷 VI	总含量
S-01	147.4	21.4	28.0	7.2	4.4	17.2	32.6	258.2
S-02	223.0	28.3	112.9	13.5	8.3	34.2	54.5	474.7
S-03	190.6	16.0	47.2	35.8	4.9	19.7	8.8	323.0
S-04	280.6	49.0	82.4	25.4	11.3	44.8	32.7	526.2
S-05	142.5	5.5	30.7	19.9	15.0	79.3	12.6	305.5
S-06	222.8	26.5	57.3	10.9	16.9	72.4	0.8	407.6
平均值	201.2	24.5	59.8	18.8	10.1	44.6	23.7	382.5

3 讨论

本课题组采用二极管阵列检测器在 190~800 nm 波长范围内对 7 个待测成分进行扫描后发现,马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷 I、续断苷 B、续断苷 A、川续断皂苷 VI 的最大吸收波长分别为 236、238、246、237、236、237、212 nm;为了检测方便并能有效反映各成分含量,暂定川续断皂苷 VI 的检测波长为 212 nm;马钱苷酸等其余 6 个成分的检测波长为 237 nm。预实验结果显示,与在相应最大吸收波长条件下所得结果比较,在上述波长条件下所得各成分含量均无显著差异,故选择川续断皂苷 VI 的检测波长为 212 nm,马钱苷酸等其余 6 个成分的检测波长为 237 nm。系统适用性试验结果显示,在该条件下,各色谱峰分离度良好、基线平稳。同时,本课题组考察了乙腈-水、乙腈-0.1% 磷酸溶液 2 种流动相体系的分离效果。结果显示,以乙腈-水为流动相时,续断苷 B、续断苷 A 的色谱峰峰形欠佳且分离度较差;以乙腈-0.1% 磷酸溶液为流动相时,马钱苷酸等 7 个成分均能较好地分离,且出峰时间稳定,故选择乙腈-0.1% 磷酸溶液为流动相。此外,本课题组前期通过单因素实验比较了不同体积分数(10%、20%、30%、40%、50%、75%、95%)乙醇超声和回流的提取效果及对方法学考察的影响。结果显示,当以 10% 乙醇为溶剂时,方法的重复性较差;当以 20% 乙醇为溶剂时,马钱苷酸等 7 个成分含量和方法稳定性均较优。同时,笔者发现,超声提取和回流提取的效果相当,从操作的简便性和方法的重复性考虑,本研究选择超声提取。在此基础上,本课题组还考察了不同超声处理方式(浸泡 30 min 后超声处理、直接超声处理)、提取时间(50、40、30、20 min)对提取效果的影响。结果发现,将药材浸泡 30 min 后再超声处理的提取率和方法的重复性均优于直接超声处理;提取 20~50 min 时,马钱苷酸等 7 个成分的含量无显著差异。综

合考虑,本研究选择20%乙醇为溶剂,浸泡30 min后超声提取30 min。

本研究结果显示,马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷 I、续断苷 B、续断苷 A、川续断皂苷 VI 的含量分别为142.5~280.6、5.5~49.0、28.0~112.9、7.2~35.8、4.4~16.9、17.2~79.3、0.8~54.5 mg/g,提示7个成分含量存在较大差异,平均含量最高的为马钱苷酸(201.2 mg/g),最低的为续断苷 B(10.1 mg/g),二者平均含量相差近20倍。从7个成分的总量来看,总含量最高的为成都荷花池药材市场的样品(S-04,526.2 mg/g),最低的为贵州威宁彝族回族苗族自治县的样品(S-01,258.2 mg/g),含量相差近2倍。不同批次药材间7个成分的含量亦存在显著差异,如从马钱苷酸含量来看,成都荷花池药材市场样品的含量最高(S-04,280.6 mg/g),广州清平药材市场样品的含量最低(S-05,142.5 mg/g),二者含量相差近2倍,其原因可能与样品的产地环境和加工炮制方式有关。有研究表明,不同产地续断药材中川续断皂苷 VI 含量差异较大,可达10倍以上^[15],其含量与产地海拔呈正相关^[16];此外,不同炮制方法会影响续断中马钱苷酸、川续断皂苷乙、川续断皂苷 VI、绿原酸等成分的含量,加工方式的不同可造成川续断皂苷乙、绿原酸成分含量相差近20倍^[17-18]。

中药成分复杂,其药效的发挥往往是多个成分协同作用的结果,若仅以一、两个成分作为质量评价指标难以反映药材的真实质量,而采用多指标评价的方法可更全面地表征药材质量,故多成分的含量测定已成为中药材质量评价的发展趋势^[19]。本研究所建续断药材中马钱苷酸等7个成分含量的检测方法,不仅包括了2020年版《中国药典》(一部)规定的指标成分川续断皂苷 VI 的测定,同时还对具有药理活性的6个环烯醚萜类成分(马钱苷酸、马钱子苷、当药苷、林生续断苷 I、续断苷 B、续断苷 A)进行了同时检测,可以更加全面地反映续断药材的内在质量。

综上所述,本研究所建含量测定方法准确、可靠,可用于续断药材中7个成分的含量测定。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S]. 2020年版.北京:中国医药科技出版社,2020:343-344.
- [2] 中国科学院中国植物志编辑委员会.中国植物志:第七十三卷:第一分册[M].北京:科学出版社,1986:63.
- [3] 刘二伟,吴帅,樊官伟.川续断化学成分及药理作用研究

进展[J].中华中医药学刊,2010,28(7):1421-1423.

- [4] 刘京晶.续断生药学研究[D].北京:北京协和医学院,2011.
- [5] 张永文,薛智.川续断中皂甙(昔)XI, XII和X III的结构研究[J].药学学报,1993,28(5):358-363.
- [6] 李贤让.续断总皂苷治疗骨关节炎及其机制的实验研究[D].济南:山东大学,2017.
- [7] LIU K F, LIU Y, XU Y T, et al. Asperosaponin VI protects against bone destructions in collagen induced arthritis by inhibiting osteoclastogenesis[J]. Phytomedicine, 2019, 63:153006.
- [8] GU M B, JIN J, REN C H, et al. Akebia saponin D suppresses inflammation in chondrocytes via the NRF2/HO-1/NF-κB axis and ameliorates osteoarthritis in mice[J]. Food Funct, 2020, 11(12):10852-10863.
- [9] GONG L L, YANG S, LIU H, et al. Anti-nociceptive and anti-inflammatory potentials of akebia saponin D[J]. Eur J Pharmacol, 2019, 845:85-90.
- [10] 杨延平,杨勇.续断抗骨质疏松活性部位的筛选[J].今日药学,2012,22(6):342-344.
- [11] 匡海学.中药化学[M].北京:中国中医药出版社,2003:189.
- [12] 何雪心,裘军.续断提取物对小鼠D-半乳糖拟痴呆模型的抗氧化作用[J].中国药师,2005,8(3):185-187.
- [13] 冯汪银,周涛,肖承鸿,等.续断商品规格等级标准及质量评价研究[J].中国中药杂志,2019,44(14):2996-3001.
- [14] 魏庆红,胡雨,金传山,等.不同加工工艺对续断质量的影响[J].中国药业,2015,24(18):14-16.
- [15] 冯良.不同产地续断中4种皂苷类成分的HPLC含量测定[J].社区医学杂志,2017,15(13):50-52.
- [16] 江维克,艾强,周涛,等.贵州续断药材川续断皂苷 VI 含量的地理分布趋势分析[J].贵州农业科学,2013,41(8):19-22.
- [17] 张祺嘉钰,孙毅,赵重博,等.不同炮制方法对不同产地续断中有效成分含量及抗氧化活性的影响[J].西北药学杂志,2020,35(2):169-172.
- [18] 严福林,魏升华,王志威,等. HPLC法同时测定不同加工续断药材中2种成分[J].贵州中医药大学学报,2021,43(3):34-39.
- [19] 姚静,孙欣光,董蓉,等. HPLC-CAD一测多评法同时测定黄芪中6种成分含量[J].药学学报,2021,56(2):557-564.

(收稿日期:2021-11-08 修回日期:2022-02-05)

(编辑:陈宏)