

· 中药工业 ·

山茱萸不同炮制品中8个化学成分的含量测定

肖红, 王东春, 舒琴, 周莉娟

内江市第二人民医院 药剂科, 四川 内江 641000

[摘要] 目的: 建立高效液相色谱法(HPLC)测定不同方法炮制的山茱萸中没食子酸、5-羟甲基糠醛、莫诺苷、獐牙菜苷、马钱苷、山茱萸新苷 I、齐墩果酸和熊果酸的含量, 阐述不同炮制方法对山茱萸中8个成分含量的影响。**方法:** 采用 HPLC, 色谱柱为 Stamsil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液, 梯度洗脱, 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长分别为 218、284、240、360 nm, 柱温为 30 ℃。**结果:** 没食子酸、5-羟甲基糠醛、莫诺苷、獐牙菜苷、马钱苷、山茱萸新苷 I、齐墩果酸、熊果酸线性范围分别为 0.80~32.07 ($r=0.999\ 4$)、0.02~0.73 ($r=0.999\ 5$)、26.91~1 076.27 ($r=0.999\ 4$)、0.51~20.47 ($r=0.999\ 1$)、12.47~498.80 ($r=0.999\ 7$)、4.29~171.60 ($r=0.999\ 6$)、6.59~263.67 ($r=0.999\ 5$)、2.87~114.87 μg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 1$); 精密度、稳定性、重复性试验 RSD 均小于 3.0%; 平均加样回收率为 99.48%~104.32% ($n=9$), RSD 均小于 3.0%。与生品相比, 山茱萸经炮制后熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、5-羟甲基糠醛含量增加, 马钱苷、莫诺苷、獐牙菜苷、山茱萸新苷 I 含量减少。**结论:** 该方法操作重复性好、准确、简便, 可同时测定山茱萸不同炮制品中8个化学成分的含量。

[关键词] 山茱萸; 高效液相色谱法; 含量测定; 炮制

[中图分类号] R282.71;R283 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1673-4890(2021)08-1444-07

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.20200729005

Determination of Eight Major Components in Different Processed Products of Corni Fructus

XIAO Hong, WANG Dong-chun, SHU Qin, ZHOU Li-juan

Pharmacy Department, Neijiang Second People's Hospital, Neijiang 641000, China

[Abstract] **Objective:** To establish a high performance liquid chromatography (HPLC) method for the content determination of gallic acid, 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde, morroniside, sweroside, loganin, cornuside I, oleanolic acid, and ursolic acid in different processed products of Corni Fructus, and expound the effects of different processing methods on eight components in Corni Fructus. **Methods:** The HPLC analysis was performed on a Stamsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) column. The mobile phase was a mixture of acetonitrile and 0.1% phosphoric acid for gradient elution. The flow rate and column temperature were set at 1.0 mL·min⁻¹ and 30 ℃, respectively. The detection was conducted at the wavelengths of 218, 284, 240, 360 nm. **Results:** The linear ranges for gallic acid, 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde, morroniside, sweroside, loganin, cornuside I, oleanolic acid, and ursolic acid were 0.80-32.07 ($r=0.999\ 4$), 0.02-0.73 ($r=0.999\ 5$), 26.91-1 076.27 ($r=0.999\ 4$), 0.51-20.47 ($r=0.999\ 1$), 12.47-498.80 ($r=0.999\ 7$), 4.29-171.60 ($r=0.999\ 6$), 6.59-263.67 ($r=0.999\ 5$), 2.87-114.87 μg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 1$), respectively. The RSD values of precision, stability, and reproducibility tests were all lower than 3.0%. The average recovery rates were within the range of 99.48%-104.32% ($n=9$), with the RSDs less than 3.0%. Compared with the raw Corni Fructus, the processed ones exhibited increased ursolic acid, gallic acid, oleanolic acid, and 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde but decreased loganin, morroniside, sweroside and cornuside I. **Conclusion:** The method is reproducible, accurate, and simple, which can be used for simultaneously determining the contents of eight chemical components in different processed products of Corni Fructus.

[Keywords] Corni Fructus; HPLC; content determination; processing

* [通信作者] 肖红, 主管药师, 研究方向: 药物含量测定; E-mail: 703943008@qq.com

山茱萸具有涩精固脱、补益肝肾的功效,现代药理研究表明,山茱萸具有抗氧化、降血糖、抗肿瘤、保护神经、抗阿尔茨海默病等作用,主产于我国陕西、甘肃、浙江、山西、江西、安徽、山东等省,为我国传统名贵中药材^[1]。山萸肉是山茱萸科山茱萸属植物山茱萸 *Cornus officinalis* Sieb. et Zucc. 的干燥成熟果肉^[2],具有补益肝肾、收涩固脱的功效。《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)2020年版记载,山茱萸的炮制品有山萸肉和酒萸肉,《河南省中药饮片炮制规范》2005年版记载,山茱萸炮制品有山萸肉、酒蒸山萸肉、蒸山萸肉和醋蒸山萸肉。文献资料显示,醋蒸山萸肉可增强收敛涩精作用,清蒸山萸肉、酒蒸山萸肉可增强补肝肾作用^[3]。山萸肉生品活性成分主要包括环烯醚萜苷类(莫诺苷、马钱苷、獐牙菜苷等)、有机酸(没食子酸)及其酯类、五环三萜类(齐墩果酸、熊果酸等)、鞣质、多糖等^[4],其中,莫诺苷、马钱苷具有抗神经退行性病变、抗血栓、抑制黑色素、抗糖尿病等作用^[5];5-羟甲基糠醛具有抗氧化、抗肿瘤、抗糖尿病及抗组织缺氧等药理活性^[6];獐牙菜苷有保护肝细胞、促进细胞修复的作用;山茱萸新苷 I 具有抗炎、保肝利胆、抗氧化、调节心血管系统^[7]及防治骨质疏松^[8]等功效;齐墩果酸与熊果酸为同分异构体,均具有降血糖、调血脂^[9]、保肺、保肝、抗肿瘤^[10]的作用;没食子酸具有抗氧化、抗癌、降血糖、调血脂等作用^[11]。现有文献多集中在山萸肉和酒萸肉的含量测定,尚未有关于同时测定山萸肉、酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉中有效成分含量的文献研究^[12-15]。鉴于此,本研究利用高效液相色谱法(HPLC)对山萸肉、酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉中熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、獐牙菜苷、马钱苷、莫诺苷、5-羟甲基糠醛、山茱萸新苷 I 8个成分含量进行比较,为提高山茱萸炮制品的质量提供参考。

1 材料

U-3000型高效液相色谱仪(UV2489PDA检测器,美国赛默飞世尔公司);YF-111型高速中药粉碎机(瑞安市永厉制药机械有限公司);ABS-135S型电子天平($d=0.01\text{ mg}$,瑞士梅特勒公司);KQ-3200B型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

3批山茱萸药材均购于禹州药材市场,标示产地为河南西峡,经内江市第二人民医院许琼主任中药师鉴定为山茱萸科植物山茱萸 *Cornus officinalis* Sieb. et Zucc. 的干燥成熟果肉。山萸肉、酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉分别按照《中国药典》2020年版四部通则0213炮制。对照品山茱萸新苷 I (批号:PS1022-0025)、獐牙菜苷(批号:PU0045-0025)均购于成都普思生物科技股份有限公司,纯度均大于98%;对照品没食子酸(批号:110831-201605,纯度:90.8%)、熊果酸(批号:110742-201622,纯度:94.7%)、莫诺苷(批号:111998-201602,纯度:96.3%)、5-羟甲基糠醛(批号:111626-201711,纯度:99.4%)、齐墩果酸(批号:110709-201607,纯度:91.7%)、马钱苷(批号:111640-201707,纯度:99.2%)购于中国食品药品检定研究院;甲醇、乙腈均为色谱纯;其他试剂均为分析纯。

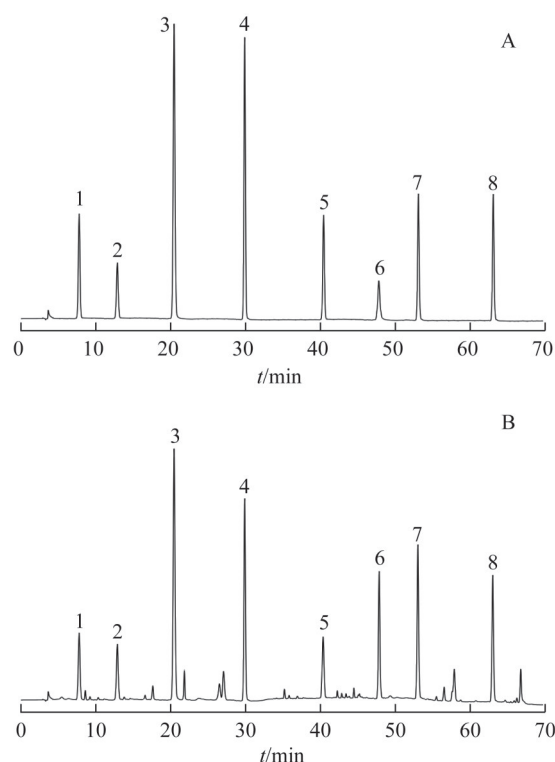
2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Stamsil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0~5 min, 10%A; 5~10 min, 10%~27%A; 10~30 min, 27%~40%A; 30~50 min, 40%~60%A; 50~65 min, 60%A; 65~70 min, 60%~10%A);检测波长^[15]:218 nm (0~10 min, 没食子酸)、284 nm (10~15 min, 5-羟甲基糠醛)、240 nm (15~50 min, 莫诺苷、獐牙菜苷、马钱苷和山茱萸新苷 I)、360 nm (50~70 min, 齐墩果酸和熊果酸);柱温为30 $^{\circ}\text{C}$;流速为1.0 mL·min⁻¹;进样量为10 μL 。在上述色谱条件下,供试品中各色谱峰与相邻色谱峰分离良好,色谱峰对称因子均在0.95~1.05,理论板数按莫诺苷计不低于5000。色谱图见图1。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液的制备 分别取8个待测成分对照品适量,精密称定,置同一100 mL量瓶中,用甲醇超声溶解并定容,摇匀,制成熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、獐牙菜苷、马钱苷、莫诺苷、5-羟甲基糠醛、山茱萸新苷 I 质量浓度分别为0.287、0.080、0.659、0.051、1.247、2.691、0.002、0.429 mg·mL⁻¹的混合对照品溶液,备用。



注: A. 混合对照品; B. 供试品; 1. 没食子酸; 2. 5-羟甲基糠醛; 3. 莫诺苷; 4. 獐牙菜苷; 5. 马钱苷; 6. 山茱萸新苷 I; 7. 齐墩果酸; 8. 熊果酸。

图1 山茱萸供试品溶液和混合对照品溶液高效液相色谱图

2.2.2 供试品溶液的制备 分别取山萸肉、酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉样品各约20 g, 粉碎过筛(二号筛), 混匀, 分别精密称取细粉1.0 g, 置100 mL具塞锥形瓶中, 加入80%甲醇30 mL, 闭塞, 称量, 超声提取(功率: 250 W, 频率: 40 kHz) 60 min, 放冷至室温, 称质量, 用80%甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过(0.45 μm), 即得^[16]。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系考察 取2.2.1项下混合对照品溶液, 分别量取0.1、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL置10 mL量瓶中, 用甲醇定容并稀释制成系列质量浓度混合对照品溶液, 按2.1项下色谱条件测定, 记录色谱图峰面积。以对照物质量浓度为横坐标(X), 8成分色谱峰峰面积为纵坐标(Y), 进行线性回归, 计算回归方程和相关系数。数据见表1。

2.3.2 精密度试验 取2.2.2项下山萸肉供试品溶液, 按2.1项下色谱条件, 连续进样6针, 记录色谱图峰面积, 计算峰面积RSD。结果熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、獐牙菜苷、马钱苷、莫诺苷、5-羟甲

表1 山茱萸8个成分的回归方程及线性范围

化合物	回归方程	r	线性范围/ μg·mL ⁻¹
没食子酸	$Y=2.17 \times 10^3 X + 0.012 5$	0.999 4	0.80~32.07
齐墩果酸	$Y=2.88 \times 10^3 X + 0.013 2$	0.999 5	6.59~263.67
獐牙菜苷	$Y=5.53 \times 10^4 X + 0.016 7$	0.999 1	0.51~20.47
熊果酸	$Y=3.39 \times 10^4 X + 1.66 \times 10^4$	0.999 1	2.87~114.87
5-羟甲基糠醛	$Y=3.74 \times 10^4 X + 2.05 \times 10^3$	0.999 5	0.02~0.73
莫诺苷	$Y=6.43 \times 10^4 X - 3.07 \times 10^3$	0.999 7	26.91~1 076.27
马钱苷	$Y=4.11 \times 10^4 X + 2.32 \times 10^3$	0.999 7	12.47~498.80
山茱萸新苷 I	$Y=1.59 \times 10^4 X + 2.24 \times 10^3$	0.999 6	4.29~171.60

基糠醛和山茱萸新苷 I 峰面积RSD分别为1.65%、1.22%、1.37%、0.64%、1.05%、1.27%、0.86%、1.41%, 均符合要求, 表明仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 取2.2.2项下山萸肉供试品溶液, 分别于0、3、6、9、12 h后, 按2.1项下色谱条件测定, 记录色谱图并计算8个成分峰面积RSD。结果熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、獐牙菜苷、马钱苷、莫诺苷、5-羟甲基糠醛和山茱萸新苷 I 峰面积RSD分别为0.88%、1.06%、1.34%、1.52%、1.35%、1.74%、1.64%、1.09%。表明供试品溶液在12 h内稳定性较好。

2.3.4 重复性试验 精密取同一批山萸肉供试品粉末适量, 按2.2.2项下方法平行制备6份, 按2.1项下色谱条件分析, 记录色谱图并计算8个化学成分的峰面积RSD及含量。结果没食子酸、齐墩果酸、熊果酸、5-羟甲基糠醛、莫诺苷、獐牙菜苷、马钱苷和山茱萸新苷 I 含量RSD分别为1.32%、1.68%、1.12%、0.96%、1.37%、1.11%、1.06%、0.89%, 表明该方法重复性良好。

2.3.5 加样回收率试验 取同一批已知含量的山萸肉供试品, 精密称取0.5 g, 平行9份, 分别置100 mL具塞锥形瓶中, 分成低、中、高3组, 分别精密加入含没食子酸0.097 mg·mL⁻¹、齐墩果酸0.797 mg·mL⁻¹、熊果酸0.347 mg·mL⁻¹、5-羟甲基糠醛0.002 mg·mL⁻¹、莫诺苷3.252 mg·mL⁻¹、獐牙菜苷0.062 mg·mL⁻¹、马钱苷1.507 mg·mL⁻¹、山茱萸新苷 I 0.518 mg·mL⁻¹的混合对照品溶液2.0、2.5、3.0 mL, 按2.2.2项下方法制备, 按2.1项下色谱条件测定, 记录色谱图峰面积, 计算8个化学成分的加样回收率及相应RSD, 结果见表2。

表 2 山茱萸 8 个化学成分加样回收率试验

化合物	取样量/g	样品中含量/mg	对照品加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
没食子酸	0.504 4	0.243	0.291	0.535	100.54	101.46	0.77
	0.502 3	0.242	0.291	0.534	100.36		
	0.501 7	0.241	0.291	0.539	102.21		
	0.503 6	0.242	0.243	0.488	101.34		
	0.504 1	0.242	0.243	0.489	101.62		
	0.502 9	0.242	0.243	0.486	100.75		
	0.502 9	0.242	0.194	0.440	102.05		
	0.503 2	0.242	0.194	0.439	101.63		
	0.504 6	0.243	0.194	0.442	102.61		
齐墩果酸	0.504 4	1.995	2.391	4.466	103.36	103.01	0.34
	0.502 3	1.987	2.391	4.448	102.95		
	0.501 7	1.984	2.391	4.434	102.46		
	0.503 6	1.992	1.993	4.048	103.21		
	0.504 1	1.994	1.993	4.051	103.26		
	0.502 9	1.989	1.993	4.050	103.44		
	0.502 9	1.989	1.594	3.626	102.67		
	0.503 2	1.990	1.594	3.626	102.62		
	0.504 6	1.996	1.594	3.639	103.11		
熊果酸	0.504 4	0.869	1.041	1.937	102.56	102.43	0.16
	0.502 3	0.865	1.041	1.931	102.36		
	0.501 7	0.864	1.041	1.928	102.19		
	0.503 6	0.868	0.868	1.756	102.44		
	0.504 1	0.869	0.868	1.755	102.16		
	0.502 9	0.866	0.868	1.756	102.51		
	0.502 9	0.866	0.694	1.578	102.46		
	0.503 2	0.867	0.694	1.579	102.57		
	0.504 6	0.869	0.694	1.582	102.62		
5-羟甲基糠醛	0.504 4	0.006	0.006	0.012	99.58	99.48	0.27
	0.502 3	0.006	0.006	0.012	99.61		
	0.501 7	0.006	0.006	0.011	99.36		
	0.503 6	0.006	0.005	0.011	99.47		
	0.504 1	0.006	0.005	0.011	99.55		
	0.502 9	0.006	0.005	0.011	99.69		
	0.502 9	0.006	0.004	0.010	99.87		
	0.503 2	0.006	0.004	0.009	98.99		
	0.504 6	0.006	0.004	0.010	99.16		
莫诺苷	0.504 4	8.143	9.756	18.315	104.26	104.32	0.40
	0.502 3	8.109	9.756	18.288	104.33		
	0.501 7	8.099	9.756	18.362	105.19		
	0.503 6	8.130	8.130	16.615	104.36		
	0.504 1	8.138	8.130	16.638	104.55		
	0.502 9	8.119	8.130	16.595	104.26		
	0.502 9	8.119	6.504	14.863	103.69		
	0.503 2	8.124	6.504	14.884	103.94		
	0.504 6	8.146	6.504	14.929	104.28		

续表2

化合物	取样量/g	样品中含量/mg	对照品加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
獐牙菜苷	0.504 4	0.155	0.186	0.345	102.22	102.28	0.34
	0.502 3	0.154	0.186	0.344	102.06		
	0.501 7	0.154	0.186	0.344	102.17		
	0.503 6	0.155	0.155	0.313	102.41		
	0.504 1	0.155	0.155	0.313	102.36		
	0.502 9	0.154	0.155	0.313	102.19		
	0.502 9	0.154	0.124	0.281	102.00		
	0.503 2	0.154	0.124	0.281	101.96		
	0.504 6	0.155	0.124	0.283	103.11		
马钱苷	0.504 4	3.774	4.521	8.340	100.99	100.37	0.59
	0.502 3	3.758	4.521	8.305	100.58		
	0.501 7	3.754	4.521	8.305	100.67		
	0.503 6	3.768	3.768	7.570	100.91		
	0.504 1	3.772	3.768	7.557	100.47		
	0.502 9	3.763	3.768	7.553	100.61		
	0.502 9	3.763	3.014	6.785	100.26		
	0.503 2	3.765	3.014	6.769	99.66		
	0.504 6	3.775	3.014	6.764	99.17		
山茱萸新苷 I	0.504 4	1.298	1.554	2.873	101.36	101.70	0.48
	0.502 3	1.293	1.554	2.874	101.77		
	0.501 7	1.291	1.554	2.869	101.51		
	0.503 6	1.296	1.295	2.610	101.46		
	0.504 1	1.298	1.295	2.609	101.29		
	0.502 9	1.294	1.295	2.615	101.99		
	0.502 9	1.294	1.036	2.354	102.24		
	0.503 2	1.295	1.036	2.343	101.11		
	0.504 6	1.299	1.036	2.362	102.59		

2.4 样品含量测定

取3批山萸肉、酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉供试品,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,每批依法平行测定3次,记录色谱图峰面积,计算各成分的含量,结果见表3。

3 讨论

3.1 待测成分的选择

现代研究表明,山萸肉生品活性成分主要包括环烯醚萜苷类、有机酸及其酯类、五环三萜类、鞣质、多糖等,其中以莫诺苷、马钱苷为代表的环烯醚萜苷类及以齐墩果酸和熊果酸为主的五环三萜类化合物是山茱萸最具有生物活性的成分。5-羟甲基

糠醛是一种重要的呋喃基化合物,是由单糖经美拉德反应或焦糖化反应脱水生成,性质不稳定,其体内代谢物在一定剂量下有明显的刺激性、致敏性、肾毒性、致癌性等潜在毒性^[17],同时研究发现,5-羟甲基糠醛是山萸肉炮制后保肝护肝作用增强的原因之一^[18]。因此,选择熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、獐牙菜苷、马钱苷、莫诺苷、5-羟甲基糠醛和山茱萸新苷 I 作为山萸肉不同炮制品的待测成分。

3.2 供试品溶液提取方法选择

本研究考察超声和热回流2种提取方法,60%、70%、80%、90%、100%不同比例的甲醇和乙腈提取溶剂,30、40、60 min不同超声提取时间对实验的影响。结果热回流方法提取杂质峰较多,莫诺苷

表3 山茱萸样品含量测定结果 ($n=3$)mg·g⁻¹

炮制品	质量分数							
	没食子酸	齐墩果酸	熊果酸	5-羟甲基糠醛	莫诺苷	獐牙菜苷	马钱苷	山茱萸新苷 I
山萸肉	0.481	3.955	1.723	0.011	16.144	0.307	7.482	2.574
	0.514	4.012	1.751	0.011	16.201	0.229	7.575	2.488
	0.472	3.766	1.647	0.009	16.149	0.311	7.391	2.591
酒萸肉	0.507	4.288	1.886	4.621	8.669	0.215	6.458	2.110
	0.539	4.291	1.892	4.533	8.425	0.204	6.339	2.036
	0.491	4.089	1.713	4.599	8.616	0.293	6.194	2.162
醋萸肉	0.494	4.159	1.814	4.113	9.228	0.222	6.702	2.153
	0.534	4.225	1.822	4.304	9.412	0.203	6.695	2.141
	0.489	4.052	1.692	4.478	9.369	0.284	6.442	2.079
蒸萸肉	0.501	3.772	1.533	4.121	15.348	0.276	7.352	2.169
	0.521	3.794	1.541	4.993	15.487	0.201	7.131	2.014
	0.503	3.594	1.506	4.056	15.302	0.288	7.044	2.176

色谱峰后有一相邻色谱峰与其分离效果差,超声提取法提取完全、操作简便、干扰峰少;80%甲醇较其他比例提取溶剂,8个化学成分提取率高;超声提取时间达到40 min时,8个化学成分均可完全溶出,延长提取时间并不能提高提取效率,故选择80%甲醇超声提取(250 W, 40 kHz) 40 min作为山茱萸不同炮制品供试品溶液的制备方法。

3.3 色谱条件选择

参考相关文献,本研究考察了不同梯度的乙腈-0.1%磷酸、乙腈-水、甲醇-0.1%磷酸、甲醇-水流动相体系对分析结果的影响^[9]。结果表明,梯度洗脱较等度洗脱色谱柱压力更平稳,8个化学成分的分离效果更好,有机相乙腈的洗脱能力优于甲醇,0.1%磷酸溶液较水作为流动相无机相色谱峰峰形更好,有效改善了色谱峰拖尾问题。故确定采用乙腈-0.1%磷酸水溶液梯度洗脱作为流动相系统。采用二极管子阵列检测器,在190~400 nm对对照品和供试品溶液进行扫描,结果显示,莫诺苷等环烯醚萜苷类成分在240 nm处有最大吸收,没食子酸在218 nm处有最大吸收,5-羟甲基糠醛最大吸收波长为284 nm,齐墩果酸和熊果酸最大吸收波长为360 nm,故本研究采用波长切换法[218 nm (0~10 min, 没食子酸)、284 nm (10~15 min, 5-羟甲基糠醛)、240 nm (15~50 min, 莫诺苷、獐牙菜苷、马钱苷和山茱萸新苷 I)、360 nm (50~70 min, 齐墩果酸和熊果酸)]研究山茱萸不同炮制品中8个化学成分的含量。

3.4 含量测定结果分析

山萸肉炮制品有效成分的含量变化与中医理论的“生熟异用”观点有较大关联。由表3可知,酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉相对于山萸肉,莫诺苷、獐牙菜苷、马钱苷和山茱萸新苷 I 的含量均降低;而没食子酸、5-羟甲基糠醛、齐墩果酸和熊果酸的含量经酒制和醋制后均增加。相关研究发现,山萸肉经酒蒸炮制后齐墩果烷系皂苷可水解为齐墩果酸和熊果酸,因此抗病毒、抗炎和抗氧化应激作用增强;莫诺苷等环烯醚萜苷类成分经炮制后降解;山萸肉经蒸制后美拉德反应或焦糖化反应加强,5-羟甲基糠醛含量增加,以酒萸肉增加最为明显;山萸肉炮制品较山萸肉生品中没食子酸的含量增加,但炮制品间含量差异较小^[20]。

4 结论

本研究建立了HPLC同时测定山茱萸不同炮制品(山萸肉、酒萸肉、醋萸肉和蒸萸肉)中熊果酸、没食子酸、齐墩果酸、獐牙菜苷、马钱苷、莫诺苷、5-羟甲基糠醛、山茱萸新苷 I 8个活性成分的含量测定方法,经方法学验证,该方法准确、专属、耐用性高、操作简单、重复性好,可为山茱萸及其炮制品的临床研究提供参考。

参考文献

- [1] 刘艳妮. 山茱萸多种有效成分的同时测定及指纹图谱的优化研究[D]. 西安:陕西师范大学,2013.

- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2020:29.
- [3] 贾红梅,庾延和,于猛,等. 基于化学计量学的酒萸肉特征性成分识别及定量测定[J]. 中草药,2020,51(5):1294-1301.
- [4] 胡本祥,彭亮,杨冰月,等. “秦药”的现代研究概况[J]. 中草药,2018,49(21):4949-4959.
- [5] 雷小小,苏艳莹,李美云,等. 山茱萸环烯醚萜苷中马钱苷和莫诺苷的研究进展[J]. 上海中医药杂志,2018,52(1):104-108.
- [6] 宋顺宗. 山茱萸新苷和人参皂苷肝保护及抗肝纤维化作用的研究[D]. 延吉:延边大学,2011.
- [7] 黄佳纯,林燕平,陈桐莹,等. 山茱萸新苷I对成骨细胞的增殖及成骨分化的影响[J]. 中国骨质疏松杂志,2020,26(1):1-5.
- [8] 刘薇,朱晶晶,徐志猛,等. 山茱萸总萜对KKay糖尿病小鼠的治疗作用研究[J]. 药物评价研究,2016,39(6):947-952.
- [9] 张明发,沈雅琴. 熊果酸和齐墩果酸对肺功能保护和抗肺癌作用的研究进展[J]. 抗感染药学,2016,13(5):961-965.
- [10] 史海燕,郝艳丽. 没食子酸生物活性研究进展[J]. 吉林医药学院学报,2020,41(2):146-149.
- [11] 唐凯,南美娟,张化为,等. HPLC法同时测定不同产地山茱萸果核中4种成分[J]. 中成药,2020,42(3):670-675.
- [12] 张芸. UPLC波长切换法同时测定山茱萸中7个成分的含量[J]. 中国药师,2019,22(11):2111-2113.
- [13] 王巍,高陆,姜文月,等. 一测多评法测定山茱萸炮制前后6种成分的含量[J]. 现代中药研究与实践,2018,32(5):38-41.
- [14] 韩根利,刘宏胜,王树森,等. RP-HPLC法同时测定山茱萸萜类制剂中莫诺苷、马钱苷、山茱萸新苷、齐墩果酸及熊果酸[J]. 中草药,2017,48(24):5168-5173.
- [15] 杨宁,刘艳妮,康杰芳. 山茱萸药材HPLC指纹图谱的优化研究[J]. 药物分析杂志,2014,34(11):1989-1994.
- [16] 胡荣. 酒制山茱萸的炮制工艺研究[J]. 山西农业科学,2016,44(1):77-79.
- [17] 李恩灿,贺玖明,靳洪涛,等. 5-羟甲基糠醛的药理和毒理研究进展[J]. 中国药物警戒,2018,15(4):210-215.
- [18] 顾海. 山茱萸活性成分5-羟甲基糠醛对H₂O₂诱导损伤的大鼠海马神经元保护作用的研究[D]. 南京:南京中医药大学,2014.
- [19] 仲达,王艳. 山茱萸醇提物HPLC指纹图谱及其聚类分析[J]. 安徽医药,2015,19(11):2077-2080.
- [20] 刘云. 山茱萸炮制前后几种主要成分的含量比较[J]. 中药材,2019,42(5):1077-1079.

(收稿日期:2020-07-29 编辑:王笑辉)