

栽培川贝母的地上部分与鳞茎中总生物碱的比较

吴启秀¹,王 曙^{1*},严晓梁²,马 静¹,黄学娣¹
 (1. 四川大学华西药学院,四川 成都 610041;2. 四川省人民医院,四川 成都 610072)

摘要: **目的** 研究栽培川贝母地上部分的总生物碱。**方法** 采用 HPLC - ELSD 法测定。**结果** 对比分析了栽培及野生的青贝、松贝和两批栽培川贝母地上部分的生物碱类成分。**结论** 栽培川贝母的地上部分与鳞茎的生物碱类成分保留时间一致,地上部分生物碱的总含量低于青贝、高于松贝。
关键词: 栽培川贝母;生物碱;HPLC - ELSD
中图分类号:R917 **文献标识码:**A **文章编号:**1006 - 0103(2008)06 - 0712 - 02

Comparison of alkaloids in cultivated herb and bulbs of *Fritillaria cirrhosa* D. Don

WU Qi - xiu¹,WANG Shu^{1*},YAN Xiao - liang²,MA Jing¹,HUANG Xue - di¹
 (1. West China School of Pharmacy, Sichuan University, Chengdu 610041, China;2. The People's Hospital of Sichuan Province, Chengdu 610072, China)

Abstract: **OBJECTIVE** To analyze the alkaloids in cultivated herb of *Fritillaria cirrhosa* D. Don. **METHODS** An HPLC - ELSD method was adopted. **RESULTS** The alkaloids were analyzed in wild and cultivated *Fritillaria unibraacteate* Hsiaao et K. C. Hsia, *F. sungbei* Hsia et K. C. Hsia and in two batches of cultivated herb. **CONCLUSION** The retention time of alkaloids in herb is coincident with that in bulbus *Fritillaria cirrhosae* D. Don. The content of alkaloids in herb is lower than that in *Fritillaria sungbei* Hsia et K. C. Hsia, but higher than that in *F. unibraacteate* Hsiaao et K. C. Hsia.
Key words: Cultivated Bulbus *Fritillaria cirrhosae* D. Don; Alkaloids; HPLC - ELSD
CLC number:R917 **Document code:**A **Article ID:** 1006 - 0103(2008)06 - 0712 - 02

川贝母为百合科贝母属植物川贝母 *Fritillaria cirrhosa* D. Don 的干燥鳞茎,其有效部位是总生物碱。川贝母习用鳞茎,但随着川贝母栽培面积的迅速扩大^[1],地上部分的药用价值开始受到关注。作者参考文献^[2],建立了 HPLC - ELSD 法,对川贝母的鳞茎与地上部分的总生物碱进行了对比分析。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

LC - 10AT 高效液相色谱仪系统(日本岛津)。贝母辛对照品(自制,结构经光谱鉴定,纯度经 HPLC 分析大于 98%);栽培的川贝母地上部分及鳞茎样品均采自四川茂县松坪沟川贝母规范化种植基地;野生川贝母鳞茎样品(市售)经作者鉴定,样品粉碎过 60 目筛,80℃干燥 12 h,备用;乙腈为色谱纯;水为双蒸水;其余试剂为分析纯。

1.2 方法与结果

1.2.1 色谱条件 色谱柱为 Welch - Materials C₁₈ (250 mm × 4.6 mm,5 μm),柱温 35℃,流动相 A 为 0.1% 二乙胺、B 为乙腈,流速为 1 ml · min⁻¹。ELSD

检测条件的气化温度为 44℃,载气压力为 3.3 bar,进样量 20 μl。按表 1 进行梯度洗脱。

表 1 流动相的洗脱梯度
 Table 1 Gradient elution of mobile phase

Time/min	Mobile phase A/%	Mobile phase B/%
0→8	70	30
8→35	70→40	30→60
35→45	40	60
45→65	40→10	60→90
65→70	10	90

1.2.2 溶液的制备 精密称取 5 mg 对照品,加甲醇定容至 25 ml,摇匀,得对照品溶液。分别精密称取 1.99 g 栽培的及野生的川贝母松贝、青贝和两批栽培的川贝母地上部分粉末,均各两份,加 5 ml 28% 氨水浸润 1 h 后,加入 40 ml 混合溶剂氯仿 - 甲醇(4 : 1),水浴回流 4 h,过滤混合溶剂层,用混合溶剂洗涤药渣(10 ml × 3),过滤,合并滤液,滤液减压回收溶剂后加甲醇溶解,转移至 10 ml 量瓶中,用甲醇定容,用 0.2 μm 微孔滤膜过滤,得各样品溶液。

1.2.3 分析方法 分别吸取 20 μl“1.2.2”项的对

作者简介:吴启秀,女,正攻读生药学专业的硕士学位。
 * 通讯作者(Correspondent author)

照品、样品溶液,按“1.2.1”项色谱条件进样分析,所得色谱图见图1。

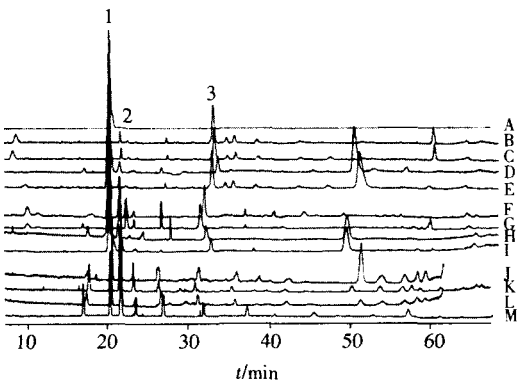


图1 对照品(A)、野生松贝(B、C)、栽培松贝(D、E)、野生青贝(F、G)、栽培青贝(H、I)及地上部分1(J、K)、2(L、M)的HPLC-ELSD色谱图

Fig 1 Chromatograms of peimissine (A), wild *F. sungbei* Hsiao et K. C. Hsia (B, C), cultivated *F. sungbei* Hsiao et K. C. Hsia (D, E), wild *F. unibraacteate* (F, G), cultivated *F. unibraacteate* Hsiaao et K. C. Hsia (H, I) and herb 1 (J, K), herb 2 (L, M)

1.2.4 结果 各样品的色谱图显示,主要成分在17~34 min出峰,此时段的峰面积占总峰面积的50%以上。贝母辛出峰时间约为20 min,各样品色谱图在此处均有一个峰面积大于 2×10^5 的主峰;各样品在约32 min(3号峰)时,有一峰面积大于 1×10^5 的峰。地上部分(J、K、L、M)的色谱图在约22 min(2号峰)处平均峰面积为 4.76×10^5 ,青贝(F、G、H、I)及松贝(B、C、D、E)在此处的平均峰面积分别为 3.51×10^5 、 0.40×10^5 。此3个峰的面积之和在青贝、松贝和地上部分各色谱图中分别占总峰面积的59.2%、59.3%、55.6%。以野生松贝总峰面积平均值为1,计算各样品相对总峰面积的比值(表2)。

表2 总峰面积的比值
Table 2 Result of total area ratio

样品	总峰面积 $\times 10^5$	相对峰面积比
野生松贝(图1B、C)	10.13	1
栽培松贝(图1D、E)	13.91	1.37
野生青贝(图1F、G)	20.56	2.03
栽培青贝(图1H、I)	22.39	2.21
地点部分(图1J、K)	16.92	1.67
地上部分(图1L、M)	17.42	1.72

2 讨论

作者曾采用酸性染料比色法^[3]测定栽培的川贝母地上部分的总生物碱,但因川贝母地上部分成分复杂,并干扰测定结果。因此,实验中通过控制取样量及HPLC-ELSD的进样量来比较色谱峰面积,初步对川贝母地上部分与鳞茎总生物碱的含量进行了定性和定量的分析。结果表明,栽培川贝母的地上部分与川贝母鳞茎有3个相同的主峰,其峰面积之和占总峰面积50%以上,地上部分峰面积总和的平均值小于青贝、大于松贝。表明川贝母地上部分的生物碱成分与鳞茎的大部分相同,其含量低于青贝,高于松贝,具有开发价值。

参考文献:

[1] 刘震东,王曙. HPLC-ELSD测定栽培的瓦布贝母中西贝碱[J]. 华西药杂志,2005,20(3):257-258.
[2] 李萍,曾令杰,李松林. HPLC-ELSD法测定贝母中异甾类生物碱及糖苷类成分的含量[J]. 药学报,2004,39(1):56-59.
[3] 李萍,曾令杰,李松林. 无紫外吸收的贝母总生物碱定量分析方法研究[J]. 中国药学杂志,2002,37(8):614.

收稿日期:2007-11

《药物不良反应杂志》征订征稿启事

《药物不良反应杂志》为国内外公开发行的学术性期刊,专门报道药物不良反应及安全用药,其内容密切结合临床,学术性、实用性强。本刊为中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊),被多个重要数据库收录。主要栏目有:论著、学术论坛、调查研究、综述、安全合理用药、药源性疾病、滥用误用、中毒救治、病例报告、中药不良反应、安全信息、ADR系列问答等。读者对象主要为临床医师、药师、护师、医药院校师生、医药研究工作者,以及药品监督管理人员。本刊为双月刊,大16开,80页,每期定价:13.00元。邮发代号:国内2-420,国外BM4886。
地址:北京市长椿街45号 药物不良反应杂志社(100053);电话:010-83198917,010-83156049(Fax);E-mail: cadrj@sina.com