

高色价栀子黄的精制工艺研究

刘慧璐, 冯建勇, 王增尚, 吴晨, 张末初, 周胜, 刘江云*, 郝丽莉(苏州大学药学院, 江苏 苏州 215123)

摘要: 目的 对栀子黄进行进一步分离制备, 以获得高色价的西红花总苷及其中主要单体成分。方法 采用中压反相柱层析技术, 对栀子黄进行进一步分离制备, 采用液相色谱检测西红花苷-1 含量, 采用紫外可见光谱检测色价及其吸光度比值。结果 制备工艺可有效去除绿原酸等杂质, 精制后的西红花总苷样品中西红花苷-1 含量为 60.8%, 色价高达 756; 并可分离获得西红花苷-1(1)、西红花苷-2(2)、西红花苷-3(3)等化合物。结论 该制备方法简便、高效、成本较低, 可为栀子黄的精制及产业化生产提供参考。

关键词: 栀子; 栀子黄; 西红花苷; 分离; 反相柱层析

中图分类号: R284.1; R917.101

文献标志码: A

文章编号: 1007-7693(2013)12-1315-05

Preparative Separation of Crocins with High Color Value from Gardenia Fruits

LIU Huilu, FENG Jianyong, WANG Zengshang, WU Chen, ZHANG Mochu, ZHOU Sheng, LIU Jiangyun*, HAO Lili(College of Pharmaceutical Sciences, Soochow University, Suzhou 215123, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an efficient separation process to afford gardenia yellow and crocins with high color value. **METHODS** The process was conducted using reversed-phase medium pressure liquid chromatography. A high pressure liquid chromatography - photodiode array method was applied for qualitative and quantitative analysis of crocin-1. Moreover, the color value was also evaluated by UV method. **RESULTS** After the reversed-phase separation, the content of crocin-1 in refined product reached 60.8%, with the color value to be 756. Crocin-1(1), crocin-2(2) and crocin-3(3) could be separated either with similar procedure. **CONCLUSION** The process developed is highly efficient, low-cost and compact, which affords a potential approach for industrial production of crocins with improved quality.

KEY WORDS: *Gardenia jasminoides*; gardenia yellow; crocin; separation; reversed-phase chromatography

西红花苷(藏红花素)是一类珍贵的水溶性胡萝卜素衍生物, 是名贵药材藏红花中的主要有效成分, 具有抗氧化、抗肿瘤等多种功效, 还作为天然食用黄色素用于保健食品中^[1]。近年来, 从常用中药栀子中也发现含有该类成分(栀子黄), 因而从栀子中提取西红花苷成为研究热点。栀子中主要含有栀子苷、西红花苷、绿原酸等成分, 其中栀子苷是栀子清热解毒的有效组分之一, 同时也可通过和某些氨基酸结合转化为食用色素栀子蓝和栀子红, 是有经济价值的组分; 绿原酸类组分具有清热解毒、降血脂等功效^[2-4]。但另一方面, 栀子苷、绿原酸类组分和西红花苷共存时, 会产生色变、褪色等作用, 降低西红花苷的应用价值。因而在国际标准中, 一般要求栀子黄色价(E)>600, 同时栀子黄中西红花苷和杂质栀子苷、绿原酸的吸光度比值(OD_1 和 OD_2)均<0.25, 对栀子黄产品及其相应提取工艺提出了严格要求^[5]。

栀子黄制备工艺的相关研究主要集中在我国, 涉及溶剂提取方法、萃取技术、树脂精制、膜分离技术、柱色谱纯化等多种技术和方法^[6]。通过长期研究, 现有制备技术中, 采用大孔树脂技术纯化栀子黄的工艺较为成熟, 但该工艺产品色价一般仅为 400 左右^[7-11], 难以达到国际产品要求标准。文献报道采用硅胶柱色谱、反相硅胶柱高压制备等多种方法和步骤进一步分离纯化西红花苷单体^[12-15], 但工艺步骤繁杂、产品回收率低、成本高, 难以实现工业化生产。目前我国的栀子黄市售品以色价 400 以下的半成品为主, 难以达到高品质栀子黄的出口质量要求。

本实验拟采用反相中压制备色谱技术, 对栀子黄中西红花总苷及其中单体进行分离鉴定和精制工艺研究, 探索可行的生产工艺, 以期规模化制备高色价栀子黄产品, 同时也为综合利用栀子药材资源、制备栀子苷和绿原酸等附加值产品提

基金项目: 苏州大学大学生创新创业训练计划项目(2012xj065)

作者简介: 刘慧璐, 女 Tel: (0512)65884301 E-mail: 1617917250@qq.com
(0512)65884301 E-mail: liujiangyun@suda.edu.cn

*通信作者: 刘江云, 男, 博士, 副教授 Tel:

供参考。

1 仪器、材料与试剂

栀子药材于2011年10月采自广西鹿寨(批号: GJ20111001), 经苏州大学药学院郝丽莉教授鉴定为茜草科植物栀子(*Gardenia jasminoides* Ellis)的干燥果实。栀子苷对照品(江西本草天工医药公司, 批号: 12120401, 纯度 99.2%); 西红花苷-1 对照品(自制, 纯度 98.7%)。LX60 大孔树脂(西安蓝晓科技新材料股份有限公司); 硅胶(200~300 目, 青岛海洋化工公司); 反相 C_{18} 硅胶(75 μm , 日本 Cosmosil 公司); 色谱甲醇(上海化学试剂有限公司); 色谱纯净水(杭州娃哈哈公司); 去离子水(自制); 其他试剂均为分析纯。

高效液相色谱仪系统包括 LC-20AD 输液泵、SPD-M20A 紫外检测器、CTO-20A 柱温箱、LC-Solution 色谱工作站(日本岛津公司); ODS 色谱柱(C_{18} -AR-II, 4.6 mm $\times$ 250 mm, 日本 Cosmosil 公司); ME215S 型电子天平(德国 Staroriorious 公司); UV-2600 紫外可见分光光度计(日本 Shimadzu 公司); BP-Purifier-100 制备中压液相系统(苏州利穗有限公司); C_{18} 填料(75 μm , 日本 Cosmosil 公司); 400 MHz 核磁共振仪(美国 Bruker 公司)。

2 方法

2.1 液相分析条件

西红花苷-1 含量测定方法参考相关文献^[5]进行。优化流动相洗脱条件为: 甲醇(A)-1%乙酸水溶液(B), 梯度洗脱: 0~4 min, 20% A; 4~40 min, 20% $\rightarrow$ 90% A; 流速 1.0 mL $\cdot$ min⁻¹; 检测波长 238 nm, 440 nm; 柱温: 室温; 进样量 20 μL 。配制西红花苷-1 对照品浓度范围为 0.041 02~0.574 2 mg $\cdot$ mL⁻¹, 在此条件下, 西红花苷-1 的回归方程为 $Y=(5.530\ 3\times 10^6)X-1.022\ 1\times 10^6$ ($r=0.999\ 6$, $n=6$), 其中 Y 为峰面积, X 为西红花苷-1 的进样量(μg); 线性范围为 0.820 4~11.48 μg 。

2.2 紫外可见分光光度法测定栀子黄色价

色价测定方法参考 GB10783 和相关文献^[5]进行。主要步骤如下: 精密称取干燥栀子黄样品(0.15 g), 用蒸馏水定容于 100 mL 量瓶中, 再精密量取 10 mL 该溶液转移至另一 100 mL 量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度。用 1 cm 比色皿测量该溶液在 238, 328 和 440 nm 下的吸光度, 代入以下公式计算色价 E 及 OD 值。

$$E=A_{440}/C; OD_1=A_{238}/A_{440}; OD_2=A_{328}/A_{440}$$

式中, E 为栀子黄色价; C 为稀释栀子黄样品浓度[g $\cdot$ (100 mL)⁻¹]; A_{440} , A_{238} , A_{328} 是该溶液在 440, 238, 328 nm 处的吸光度, 依次为西红花苷、栀子苷、绿原酸类成分的最大吸收波长。

2.3 提取与分离

2.3.1 栀子黄的提取与精制 称取 1 kg 栀子药材, 粉碎为 60 目粗粉, 用 8 L 40%乙醇溶液回流提取 1.5 h(2 次), 合并 2 次滤液, 在 65 $^{\circ}\text{C}$ 下减压浓缩, 调整药液使每 1 mL 药液相当于 0.4 g 生药, 备用。将该溶液上预处理好的 LX60 大孔树脂柱, 上样 180 min 达吸附平衡后, 依次用蒸馏水、20%乙醇溶液、70%乙醇溶液洗脱各 900 mL 洗脱。分别收集 20%、70%乙醇部位, 在 50 $^{\circ}\text{C}$ 下减压浓缩干燥, 依次得栀子苷、栀子黄样品。HPLC 检测其中西红花苷-1 的含量及回收率。

2.3.2 西红花总苷及其单体的分离

2.3.2.1 硅胶分离 取栀子黄 1.0 g, 硅胶拌样。取 300~400 目的薄层层析硅胶 100 g, 装入中压柱(15 cm $\times$ 2.5 cm), 柱体积 70 mL, 上样后依次以乙酸乙酯-甲醇-水=10:2:1(900 mL, Fr. 1~18), 10:3:1(700 mL, Fr. 19~32)梯度洗脱, 流速为 50 mL $\cdot$ min⁻¹, 检测波长为 328 nm 和 440 nm, 每 50 mL 接收一瓶。

2.3.2.2 反相硅胶分离 取 C_{18} 填料装入中压柱中(15 cm $\times$ 2.5 cm)。首先考察了初始洗脱浓度, 其次考察了栀子黄最大上样量。上样后用确定的初始洗脱条件洗脱, 视色带的变化情况更改洗脱条件, 以达到高效洗脱。流速为 50 mL $\cdot$ min⁻¹, 检测波长为 328 nm 和 440 nm。每 50 mL 收集一瓶, HPLC 检测其西红花苷-1 和栀子苷的含量。

2.3.3 西红花总苷的制备 将 C_{18} 填料装入中压柱中(25 cm $\times$ 3.5 cm), 柱体积为 240 mL。取栀子黄样品 10.0 g, 溶于 40%甲醇溶液中, 上样后, 用 40%甲醇溶液洗脱杂质, 再用 100%甲醇将西红花总苷洗脱, 流速为 100 mL $\cdot$ min⁻¹, 检测波长为 328 nm 和 440 nm。

3 结果与分析

3.1 西红花苷单体的分离与鉴定

3.1.1 分离纯化 参考相关文献, 首先进行了正相硅胶对栀子黄的分离实验^[15]。采用硅胶柱层析, 上样后以乙酸乙酯-甲醇-水梯度洗脱, 在 Fr. 26~31 得到西红花苷 350 mg, 其中西红花苷-1 的含量为 36.8%, 回收率为 30.2%。由于正相硅胶的吸附作

用较强,回收率低,因此选用反相填料进行进一步研究。

在反相 C_{18} 中压柱层析研究中,首先考察了甲醇-水洗脱条件。经实验研究,确定以 40% 甲醇溶液除去杂质(栀子苷、绿原酸)。栀子黄(1.0 g)上样后用 40% 甲醇溶液洗脱(1.5 L, Fr. 1~30), 60% 甲醇溶液(150 mL, Fr. 31~33), 70% 甲醇溶液(100 mL, Fr. 34~35)和 100% 甲醇溶液(150 mL, Fr. 36~38)。少量栀子苷(42 mg)出现在 Fr. 3~4, 绿原酸组分(260 mg)在 Fr. 5~22 中出现。西红花苷-1(1, 164 mg)、西红花苷-2(2, 19 mg)和西红花苷-3(3, 51 mg)分别在 Fr. 24~28、Fr. 32~33 和 Fr. 35 中得到。

3.1.2 结构鉴定 参考相关文献,对西红花总苷中主要单体成分进行结构鉴定,各成分结构式见图 1。

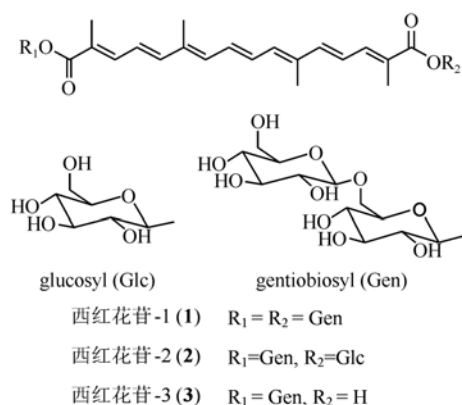


图 1 西红花苷结构式

Fig 1 Structures of crocins

西红花苷-1(1): 暗红色粉末结晶(石油醚-乙酸乙酯-水: 10 : 3 : 1)。 $^1\text{H-NMR}$ (DMSO, 400 MHz) δ : 7.35(2H, d, $J=10.8$ Hz, H-10, 10'), 6.86(2H, m, H-15, 15'), 6.80(2H, m, H-12, 12'), 6.69(2H, m, H-11, 11'), 6.55(2H, m, H-14, 14'), 6.55(2H, m, H-14, 14'), 5.42(2H, d, $J=7.4$ Hz, H-1, 1''), 4.16(2H, d, $J=7.7$ Hz, H-1', 1'''), 3.56-3.70(4H, m, H-6, 6', 6'', 6'''), 2.92-3.50(m, sugar-H), 1.97(6H, s, H-20, 20'), 1.99(6H, s, H-19, 19')。 $^{13}\text{C-NMR}$ (DMSO, 100 MHz) δ : 166.2(C-8, 8'), 147.1(C-12, 12'), 139.9(C-10, 10'), 137.0(C-13, 13'), 136.0(C-14, 14'), 132.0(C-15, 15'), 125.3(C-9, 9'), 123.9(C-11, 11'), 103.1(C-1', 1'''), 94.5(C-1, 1''), 76.9(C-5, 5', 5'', 5'''), 76.7(C-3', 3'''), 76.3

(C-3, 3''), 73.5(C-2', 2''), 72.4(C-2, 2''), 69.9(C-4', 4''), 69.2(C-4, 4''), 67.9(C-6, 6''), 61.0(C-6', 6''), 12.7(C-19, 19'), 12.6(C-20, 20')。以上数据与文献[12]基本一致,鉴定为西红花苷-1。

西红花苷-2(2): 暗红色粉末, $^1\text{H-NMR}$ (DMSO, 400 MHz) δ : 7.35(2H, d, $J=11.1$ Hz, H-10, 10'), 6.87(2H, m, H-15, 15'), 6.79(2H, m, H-12, 12'), 6.70(2H, m, H-11, 11'), 6.54(2H, m, H-14, 14'), 5.42(2H, d, $J=7.3$ Hz, H-1, 1''), 4.17(1H, d, $J=7.7$ Hz, H-1'), 3.10-3.87(m, sugar-H), 1.97(6H, s, H-20, 20'), 1.99(6H, s, H-19, 19')。 $^{13}\text{C-NMR}$ (DMSO, 100 MHz) δ : 166.2(C-8, 8'), 144.6(C-12, 12'), 139.8(C-10, 10'), 136.9(C-13, 13'), 136.0(C-14, 14'), 132.0(C-15, 15'), 125.3(C-9, 9'), 123.9(C-11, 11'), 103.1(C-1'), 94.5(C-1, 1''), 77.8(C-5), 76.8(C-5', 5''), 76.6(C-3), 76.4(C-3''), 76.3(C-3'), 76.0(C-2), 74.8(C-2''), 73.6(C-2'), 73.5(C-4), 73.1(C-4''), 72.5(C-4'), 69.9(C-6), 60.9(C-6''), 60.5(C-6'), 12.7(C-19, 19'), 12.6(C-20, 20')。以上数据与文献[16]基本一致,鉴定为西红花苷-2。

西红花苷-3(3): 暗红色粉末(氯仿-甲醇), $^1\text{H-NMR}$ (DMSO, 400 MHz) δ : 7.47(1H, m, H-10), 7.36(1H, m, H-10'), 6.88(1H, d, $J=17.1$ Hz, H-15), 6.80(1H, m, H-12), 6.76(1H, m, H-15'), 6.71(1H, d, $J=11.7$ Hz, H-11), 6.65(1H, m, H-12'), 6.57(1H, d, $J=14.4$ Hz, H-11'), 6.48(1H, d, $J=11.7$ Hz, H-14'), 6.39(1H, d, $J=11.7$ Hz, H-14), 5.42(1H, d, $J=7.5$ Hz, H-1), 4.17(1H, d, $J=7.7$ Hz, H-1'), 2.90-4.08(m, sugar-H), 1.99(3H, s, H-19), 1.97(3H, s, H-19'), 1.99(3H, s, H-20), 1.92(3H, s, H-20')。 $^{13}\text{C-NMR}$ (DMSO, 100 MHz) δ : 169.0(C-8'), 166.2(C-8), 144.6(C-12), 140.1(C-12'), 137.5(C-10), 136.9(C-10'), 136.5(C-13), 135.9(C-13'), 134.7(C-14), 134.2(C-14'), 130.8(C-15), 127.5(C-15'), 127.4(C-9), 125.9(C-9'), 125.1(C-11), 123.5(C-11'), 103.1(C-1'), 94.5(C-1), 76.9(C-5, 5'), 76.7(C-3'), 76.2(C-3), 73.4(C-2'), 72.4(C-2), 69.9(C-4'), 69.2(C-4), 67.9(C-6), 60.9(C-6'), 12.8(C-19'), 12.7(C-20'), 12.5(C-19), 12.4(C-20)。以上数据与文献[17]基本一致,鉴定为西红花苷-3。

3.2 西红花总苷的制备 参考单体分离优化条件,对西红花总苷进行了制备。首先对流动相洗

脱比例进行了简化, 优化工艺为采用 40%甲醇溶液洗脱除杂, 再用 100%甲醇溶液洗脱获得西红花总苷。此外, 对栀子黄的载样量进行了实验。在该制备条件下, 样品量在 1~2 g 时为适宜制备区间; 当载样量达到 3.2 g 时出现色谱峰拖尾等过载现象。采用“1.3.3”放大实验条件, 从栀子黄(10.0 g)

的 40%甲醇洗脱部位获得栀子苷(0.56 g)和绿原酸类组分(3.41 g), 从 100%甲醇洗脱部位获得西红花总苷(4.76 g)。经一次反相制备, 获得的西红花总苷样品色价高达 756, OD 值均<0.15, 其中西红花苷-1 的含量 60.8%, 回收率为 81.2%。制备前后西红花总苷的检测结果见表 1 和图 2。

表 1 栀子黄及西红花总苷样品中西红花苷-1 的含量及色价分析

Tab 1 Contents of crocin-1 and color values of gardenia yellow and crocins

样 品	含量/%	得率/%	回收率/%	色价 E	吸光度比值 1(OD ₁)	吸光度比值 2(OD ₂)
栀子黄	29.65	2.41	83.1	390	0.421	0.375
西红花总苷	60.78	1.13	81.2	756	0.148	0.142

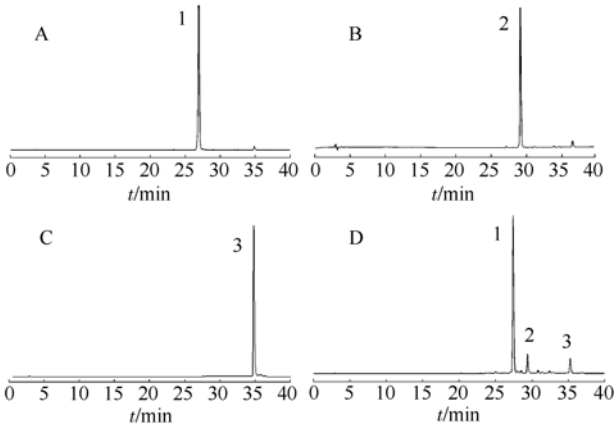


图 2 西红花总苷及各单体样品的 HPLC 色谱图
A-西红花苷-1 样品; B-西红花苷-2 样品; C-西红花苷-3 样品; D-西红花总苷; 1-西红花苷-1(1); 2-西红花苷-2(2); 3-西红花苷-3(3)
Fig 2 HPLC chromatograms of refined crocins' samples
A-sample of crocin-1; B-sample of crocin-2; C-sample of crocin-3; D-crocins; 1-crocin-1(1); 2-crocin-2(2); 3-crocin-3(3)

4 结论

本实验首次采用反相中压制备色谱, 经一次分离制备工艺, 从栀子黄中成功获得高色价西红花苷及其主要单体。该工艺试制产品纯度高, 工艺简洁、可操作性强, 溶剂便于回收和循环利用, 易于实现产业化放大。

已有文献研究结果表明, 大孔树脂精制技术可实现栀子苷和栀子黄的分离。本研究过程中进一步发现, 栀子黄中的共存杂质主要是绿原酸类组分和少量栀子苷, 采用大孔树脂难以完全除去。硅胶柱层析可以分离获得西红花总苷及其单体, 但吸附严重、回收率低。采用反相色谱, 可以有效获得高色价西红花总苷, 回收率高、成本低。中压制备色谱具有柱效高、可在线检测、运行重复性好、自动化程度高等优点, 相对高压制备色谱生产成本较低、仪器容易维护, 可实现高附加

值产品的放大生产。

REFERENCES

[1] MELNYK J P, WANG S, MARCONE M F. Chemical and biological properties of the world's most expensive spice: Saffron [J]. Food Res Int, 2010, 43(8): 1981-1989.

[2] YU Y, GAO H, DAI Y, et al. Advances in studies on chemical constituents in plants of *Gardenia jasminoides* Ellis [J]. Chin Tradit Herb Drug(中草药), 2010, 41(1): 148-153.

[3] GAO F Y, GAO X Y, ZHANG J Y. Pigment study in fruits of *Gardenia jasminoides* by HPLC-DAD-MS/MS [J]. J Beijing Univ Tradit Chin Med(北京中医药大学学报), 2012, 35(5): 343-348.

[4] BERGONZI M, RIGHESCHI C, ISACCHI B, et al. Identification and quantification of constituents of *Gardenia jasminoides* Ellis (Zhizi) by HPLC-DAD-ESI-MS [J]. J Agric Food Chem, 2012, 134(2): 1199-1204.

[5] CHEN Y, ZHAO C, ZHANG H, et al. Relationship investigation between OD values, colour value and crocins and geniposide contents in gardenia yellow [J]. Food Sci Technol (食品科技) 2010, 35(5): 262-265, 270.

[6] XIN S, DU X J, GUO Y P, et al. Advances in research on extraction and purification of yellow pigment in gardenia [J]. Nonwood Forest Res(经济林研究), 2010, 28(4): 125-128.

[7] ZHU Y, YU Q, ZHOU D Y. Study of separation and purification for geniposide and gardenia yellow from gardenia simultaneously with macroporous absorption resin [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2009, 26(10): 823-826.

[8] YANG B, GAO Y, LIU X, et al. Adsorption characteristics of crocin in the extract of gardenia fruits (*Gardenia jasminoides* Ellis) on macroporous resins [J]. J Food Process Eng, 2009, 32(1): 35-52.

[9] ZHAO P, WANG C R, ZHOU J H, et al. The isolation and purification of gardenia yellow and gardenoside [J]. Food Sci Technol(食品科技), 2011, 36(6): 239-243.

[10] HU J W, XIONG W, LI X H, et al. Integration technology on purification of gardenia yellow of high color value with macroporous adsorption resin and extraction of organic solvent [J]. Nat Prod Res Dev (天然产物研究与开发), 2011, 23(2): 304-308.

[11] CHEN J F, FU G M, WAN Y, et al. Enrichment and purification of gardenia yellow from *Gardenia jasminoides* var. *radicans* Makino by column chromatography technique [J]. J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci, 2012(893/894): 43-48.

- [12] CHEN H, XIAO Y Q, LI L. Studies on chemical constituents in fruit of *Gardenia jasminoides* [J]. China J Chin Mater Med (中国中药杂志), 2007, 32(11): 1041-1043.
- [13] PFISTER S, MEYER P, STECK A, et al. Isolation and structure elucidation of carotenoid-glycosyl esters in gardenia fruits (*Gardenia jasminoides* Ellis) and saffron (*Crocus sativus* Linne) [J]. J Agric Food Chem, 1996, 44(9): 2612-2615.
- [14] VAN CALSTEREN M R, BISSONNETTE M C, CORMIER F, et al. Spectroscopic characterization of crocetin derivatives from *Crocus sativus* and *Gardenia jasminoides* [J]. J Agric Food Chem, 1997, 45(4): 1055-1061.
- [15] ZHANG Y, XIA Y, CHEN Y, et al. Preparation of pure gardenia yellow pigment [J]. Food Ferm Ind (食品与发酵工业), 2009, 35(2): 100-103.
- [16] LIU S J, ZHANG X T, WANG W M, et al. Studies on chemical constituents of *Gardenia jasminoides* var. *radicans* [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2012, 43(2): 238-241.
- [17] GU Q K, ZHOU X Q, BI Z M, et al. Chemical constituents of the fruits of *Gardenia jasminoides* from *Grandiflora* (Lour) *makino* [J]. Chem Ind Forest Prod(林产化学与工业), 2009, 29(6): 61-64.

收稿日期: 2013-04-27

白花蛇舌草栽培品与野生品有效成分含量测定

林海, 龚又明, 邓广海*, 容穗华(广东省中医院药学部, 广州 510120)

摘要: 目的 测定白花蛇舌草野生品和栽培品有效成分的含量, 为白花蛇舌草的质量标准和规范化栽培提供依据。方法 采用 HPLC 测定白花蛇舌草中齐墩果酸和熊果酸的含量, 采用紫外分光光度法测定总黄酮的含量。结果 不同产地白花蛇舌草野生品中 3 种成分含量差异较大, 其中齐墩果酸含量为 $0.328\ 1\sim 1.191\ 7\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, 熊果酸含量为 $1.686\ 5\sim 2.641\ 0\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, 总黄酮含量为 $0.921\ 9\%\sim 1.611\ 7\%$; 广东、广西栽培品中 3 种成分含量均较高, 且不同批次栽培品中各成分含量没有显著差异, 具有一定的稳定性。结论 白花蛇舌草由野生转化为家种, 有利于保证药材的有效性和稳定性。

关键词: 白花蛇舌草; 齐墩果酸; 熊果酸; 总黄酮; 野生品; 栽培品; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2013)12-1319-04

Determination of the Content of Effective Component of Wild and Cultivated Products of *Hedyotis Diffusa*

LIN Hai, GONG Youming, DENG Guanghai*, RONG Suihua(Pharmaceutical Department, Guangdong Provincial Hospital of TCM, Guangzhou 510120, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the content of the active component of wild and cultivated products of *Hedyotis diffusa*, provide a basis for its quality standards and standardized cultivation. **METHODS** The content of oleanolic acid and ursolic acid in *Hedyotis diffusa* was determined by HPLC, and the content of total flavonoids was determined by UV. **RESULTS** The content of three kinds of active component were significantly different in different areas of wild products, and the content of oleanolic acid was $0.328\ 1\sim 1.191\ 7\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$; the content of ursolic acid was $1.686\ 5\sim 2.641\ 0\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$; the content of total flavonoids was $0.921\ 9\%\sim 1.611\ 7\%$. The content in the three kinds of Guangdong and Guangxi cultivated products were higher, there was no significantly difference between them, and kept certain stability. **CONCLUSION** Application of the home-grown product instead of wild products of *Hedyotis diffusa*, can ensure the effectiveness and stability of the quality.

KEY WORDS: *Hedyotis diffusa*; oleanolic acid; ursolic acid; total flavonoids; wild products; cultivated products; HPLC

白花蛇舌草又名蛇舌草、蛇利草、蛇总管、二叶葎等, 为茜草科植物白花蛇舌草 [*Hedyotis diffusa* (Willd.) Roxb.] 的干燥全草^[1], 主产于福建、广东、广西、云南、浙江等地, 常生于潮湿的田边、沟边、路旁和草地^[2]。传统医学认为其具有清热解毒、活血化瘀、利水渗湿、消肿止痛等作用,

为临床常用抗肿瘤药^[3]。现代药理研究表明, 白花蛇舌草具有免疫调节、抗肿瘤、抗氧化、抗化学诱变、抗炎抗菌、保肝利胆、镇痛解毒等作用^[4]。齐墩果酸和熊果酸是其主要有效成分, 前者有较强的抗菌消炎作用, 同时还具有保护肝脏、利水渗湿等功效; 后者对多种恶性肿瘤细胞生长有抑

基金项目: 广东省中医药局资助项目(20122135)

作者简介: 林海, 男, 主管药师 Tel: (020)81887233
(020)81887233-31202 E-mail: handsomehai@126.com

E-mail: 13688879998@163.com

*通信作者: 邓广海, 男, 硕士, 中药师 Tel: