

# 不同采收期滇鼠刺中Iteafuranal A的含量变化分析

封云倩, 罗国勇, 袁 宁, 简进珍, 刘露露, 郎天琼\*

贵州中医药大学, 贵州 贵阳

收稿日期: 2022年6月18日; 录用日期: 2022年7月15日; 发布日期: 2022年7月22日

## 摘 要

目的: 分析不同采收期滇鼠刺中Iteafuranal A的动态变化, 为明确滇鼠刺的最佳采收期提供科学依据。方法: 以ZORBAX SB-C18柱(5  $\mu$ m, 4.6 \* 250 mm)为色谱柱, 以0.1%醋酸水 - 溶液(A) - 甲醇(B)为流动相进行梯度洗脱; 流速为1.0 mL/min; 检测波长为306 nm; 柱温为30 $^{\circ}$ C。结果: 在上述色谱条件下, Iteafuranal A在0.042~1.42 mg范围内与峰面积线性关系良好,  $R^2 = 0.9981$  (n = 6); 平均加样回收率为100.4%, RSD值为1.02% (n = 6); 6批不同采收期滇鼠刺中Iteafuranal A的含量分别为: 0.088%、0.121%、0.263%、0.132%、0.084%以及0.032%。结论: 不同采收期滇鼠刺中Iteafuranal A的含量具有显著差异, 并初步确定1月份为滇鼠刺的最佳采收期。

## 关键词

滇鼠刺, Iteafuranal A, 高效液相色谱法, 采收期

# Dynamic Content Analysis of Iteafuranal A in *Itea yunnanensis* at Different Harvest Periods

Yunqian Feng, Guoyong Luo, Ning Yuan, Jinzhen Jian, Lulu Liu, Tianqiong Lang\*

Guizhou University of Traditional Chinese Medicine, Guiyang Guizhou

Received: Jun. 18<sup>th</sup>, 2022; accepted: Jul. 15<sup>th</sup>, 2022; published: Jul. 22<sup>nd</sup>, 2022

## Abstract

**Objective:** The dynamic content change of Iteafuranal A was analyzed in *Itea yunnanensis* collected

\*通讯作者。

文章引用: 封云倩, 罗国勇, 袁宁, 简进珍, 刘露露, 郎天琼. 不同采收期滇鼠刺中 Iteafuranal A 的含量变化分析[J]. 药物资讯, 2022, 11(4): 321-326. DOI: 10.12677/pi.2022.114041

at different harvest periods, in order to provide the scientific basis for the best harvest time determination. **Methods:** A HPLC method was established based on the ZORBAXSB-C18 column (5  $\mu\text{m}$ , 250 mm \* 4.6 mm) eluted with a mobile phase of 0.1% acetic acid (A)-methanol (B) in gradient. The flow rate was 1.0 mL/min and the detection wavelength at 306 nm as the well as column temperature at 30°C. **Results:** The calibration curve was linear within the range of 0.042~1.42 mg of Iteafuranal A ( $R^2 = 0.9981$ ), the average recovery rate was 100.4% with the RSD value of 1.02% ( $n = 6$ ). The content of Iteafuranal A in *I. yunnanensis* at six different harvest times was determined as 0.088%, 0.121%, 0.263%, 0.132%, 0.084% and 0.032%, respectively. **Conclusion:** There was a significant difference in the content of Iteafuranal A in the 6 batches of samples, and January was initially identified as the best harvest period.

## Keywords

*Itea yunnanensis*, Iteafuranal A, HPLC, Harvest Period

Copyright © 2022 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

中药民族药药材质量, 与其所含化学成分的种类与含量密切相关, 并受基原、产地、种植、采收、产地加工和贮藏等多重因素的共同影响[1]。其中, 采收期直接影响着药材的质量与产量, 历来备受学者重视[2] [3] [4]。如杨欣欣等以金银花中绿原酸、木樨草苷等有效成分的含量为指标, 确定了金银花花蕾期为最佳采收期[5], 毛淑敏等以多糖含量为指标, 确定了金银花的最佳采收期为二白期和大白期[6]; 席鹏洲等对红花的浸出物、羟基红花色素 A 以及山奈酚进行含量测定, 确定一天内红花最佳采收时间为 11 时之前和 17 时之后, 同时分析得出红花在整个采收期内越到采收后期, 采收的红花质量越佳[7]。

滇鼠刺(*Itea yunnanensis* Franch)又称云南鼠刺, 主要分布于云南西北部、四川西南部以及贵州等地。其性平, 味辛、苦, 归肺、肝二经, 具有活血化瘀之功效, 民间常用于治疗跌打损伤、骨折等[8]。现代研究结果显示, 滇鼠刺含有的 2-芳基苯并呋喃类成分表现出潜在的抗氧化和抗肝癌潜力。如代表性成分 Iteafuranal A 清除 DPPH 和 ABTS 阳离子自由基的  $\text{IC}_{50}$  值分别为 0.23 和 0.34 mg/mL; 抑制 SK-Hep-1 细胞增殖的  $\text{IC}_{50}$  值为 6.013  $\mu\text{M}$  [9] [10]。这表明, 2-芳基苯并呋喃类成分是滇鼠刺的潜在药效组分, 极具开发价值。然而, 关于该类成分在滇鼠刺植物中的积累规律尚未见报道。因此, 本研究以代表性成分 Iteafuranal A 为指标, 建立 Iteafuranal A 的 HPLC 含量测定方法, 并完成了 6 个批次不同月份采集样品中 Iteafuranal A 的含量测定。旨在通过 Iteafuranal A 含量随月份的变化趋势分析, 初步明确滇鼠刺的最佳采收期。

## 2. 仪器与材料

### 2.1. 仪器

LC-2030C 高效液相色谱仪(日本岛津公司), HH-4 数显恒温水浴锅(常州智博瑞仪器制造有限公司), SB-3200DT 超声清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司), MS1050DU 分析天平(瑞士 Mettler-Toledo 公司), BSM-220.4 电子天平(上海卓精电子科技有限公司)。

## 2.2. 材料

Iteafuranal A 对照品(实验室前期分离); 实验用滇鼠刺均采自于贵州中医药大学后山, 采收时间见表 1, 经贵州中医药大学王志威副教授鉴定为虎耳草科鼠刺属植物滇鼠刺。甲醇为色谱纯(美国 TEDIA 试剂公司); 醋酸为分析纯(天津市富宇精细化工有限公司); 分析用水购于华润怡宝饮料有限公司。

Table 1. Information of *Itea yunnanensis*

表 1. 滇鼠刺样品信息

编号	采收时间
S-1	2021.10
S-2	2021.11
S-3	2022.01
S-4	2022.03
S-5	2022.05
S-6	2022.07

## 3. 方法与结果

### 3.1. 色谱条件

色谱柱: ZORBAX SB-C18 柱(5  $\mu\text{m}$ , 4.6 \* 250 mm); 流动相: 0.1%醋酸水溶液 - 甲醇梯度洗脱(0~17 min, 20%~72% B; 17~35 min, 72%~82% B; 35~36 min, 82%~20% B; 36~45 min, 20%~20% B); 流速 1.0 mL/min; 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$ ; 检测波长: 306 nm; 进样量: 10  $\mu\text{L}$ 。理论塔板数按 Iteafuranal A 计算不低于 98022。

### 3.2. 溶液的配制

1) 对照品溶液的制备精密称取 Iteafuranal A 对照品 5 mg 于 25 mL 容量瓶中, 加入适量甲醇溶解后, 定容至刻度, 摇匀即得 0.2212 mg/mL 的对照品溶液。

2) 供试品溶液的制备称取滇鼠刺粉末 0.5 g, 精密称定, 置于圆底烧瓶中, 精密移取提取溶剂甲醇 7.5 mL, 称定重量, 60 $^{\circ}\text{C}$ 下, 加热回流提取 1 h, 冷却后补重, 过滤, 取续滤液 2 mL 置于 5 mL 容量瓶中并定容至刻度, 过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜即得供试品溶液。

### 3.3. 专属性实验

分别取对照品溶液、供试品溶液按“2.1”项下方法进样, 在该色谱条件下, 供试品中 Iteafuranal A 与对照品色谱峰保留时间一致, 与邻峰分离度大于 1.5。说明该方法专属性良好, 色谱图见图 1。

### 3.4. 线性关系考察

分别精密量取“2.2.1”项下对照品 0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.6 mL、3.2 mL、6.4 mL 置 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释并定容, 按“2.1”项下方法进行测定, 以 Iteafuranal A 浓度(mg/mL)为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线。得到回归方程  $Y = 35747106.63X - 104297.5$  (Y 为峰面积, X 为对照品浓度),  $R^2 = 0.9981$ 。Iteafuranal A 在 0.042~1.42 mg 范围内, 线性关系良好。

### 3.5. 精密度试验

取“2.2.1”项下对照品溶液按“2.1”项下方法连续进样 6 次, 测得 Iteafuranal A 峰面积的 RSD 为

0.25%。表明仪器精密度良好。

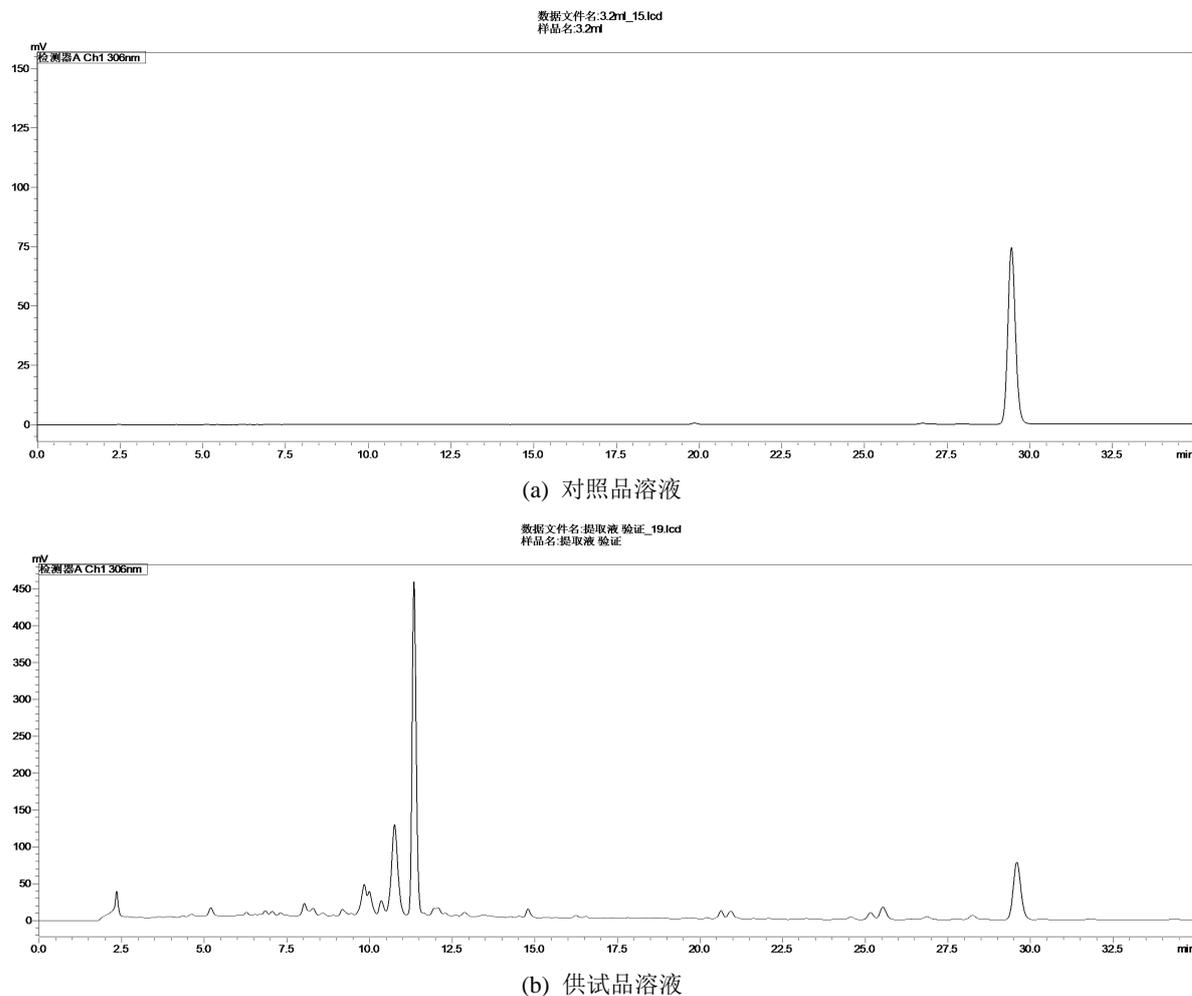


Figure 1. Specific experiment

图 1. 专属性实验

### 3.6. 稳定性试验

按“2.2.2”项下的操作制备滇鼠刺供试品溶液于室温下放置 0 h、2 h、4 h、6 h、8 h、12 h、24 h 后，按“2.1”项下色谱条件进行进样分析，测得 Iteafuranal A 峰面积的 RSD 为 0.42%，表明供试品溶液在室温条件下 24 h 内稳定性良好。

### 3.7. 重复性实验

按“2.2.2”项下的操作平行制备 6 份供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件进行进样分析，测得 Iteafuranal A 峰面积的 RSD 为 1.13%，表明该方法重复性良好。该批次样品的平均含量为 0.088%。

### 3.8. 加样回收率试验

取已知含量的滇鼠刺粉末 6 份，每份 0.25 g，含量按 0.088% 计算，精密量取 0.111 mg/mL 的 Iteafuranal A 对照品 2 mL，分别加入到 6 份样品中，按“2.2.2”项下的方法制备供试品溶液，按“2.1”项下色谱条

件进行进样分析, 计算回收率。结果 Iteafuranal A 平均回收率( $n = 6$ )为 100.4%, RSD 为 1.02%, 表明本方法具有较好的加样回收率。结果见表 2。

**Table 2.** Sample recovery test

**表 2.** 加样回收试验

序号	含有量/mg	加入量/mg	测得量/mg	加样回收率/%	平均加样回收率/%	RSD/%
1	0.2211	0.222	0.372	99.65	100.4	1.02
2	0.2213	0.222	0.366	101.06		
3	0.2214	0.222	0.372	98.93		
4	0.2212	0.222	0.370	100.45		
5	0.2212	0.222	0.368	100.68		
6	0.2213	0.222	0.374	101.81		

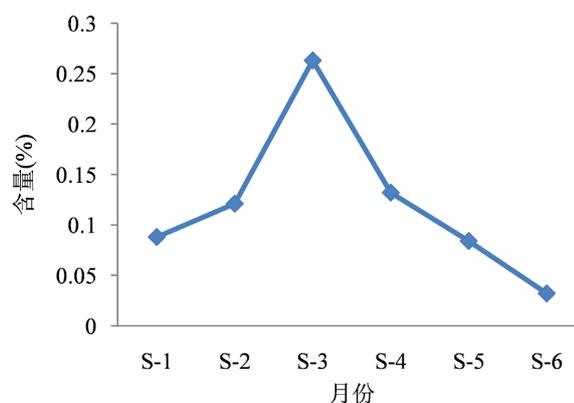
### 3.9. 不同采收期样品含量测定

按“2.2.2”项下的操作制备不同月份的滇鼠刺供试品溶液各两份, 按“2.1”项下色谱条件进行进样分析, 并计算含量。结果见表 3、图 2。

**Table 3.** The results of content determination

**表 3.** 含量测定结果

编号	含量/%
S-1	0.088
S-2	0.121
S-3	0.263
S-4	0.132
S-5	0.084
S-6	0.032



**Figure 2.** The results of content determination

**图 2.** 含量测定结果

## 4. 讨论

2-芳基苯并呋喃类成分是滇鼠刺中潜在的抗氧化和抗肝癌活性物质,极具开发潜力。本研究以其代表性成分 Iteafuranal A 的 HPLC 含量测定方法为基础,分析 Iteafuranal A 的含量随月份变化的趋势。结果显示,不同采收期滇鼠刺中 Iteafuranal A 含量整体呈现先升高后降低的趋势,在 1 月份时达到峰值。因此,初步确定 1 月份为滇鼠刺的最佳采收期。

植物中的同类成分往往具有相似的积累与代谢规律[11]。因此, Iteafuranal A 的含量变化在一定程度上可反映 2-芳基苯并呋喃类成分的变化趋势。这就意味着基于最佳采收期采集样品开展系统的化学成分研究,有助于从中发现结构多样性的 2-芳基苯并呋喃类成分,为相应先导结构的提供和物质基础的阐明奠定坚实基础。

## 项目基金

国家自然科学基金项目(81860764);贵州省高层次人才创新创业择优资助项目(GCCRCZYZZ-2021-07);贵州中医药大学大学生创新创业训练项目(GZYDCHZ-2017-23)。

## 参考文献

- [1] 刘昌孝,陈士林,肖小河,等. 中药质量标志物(Q-Marker): 中药产品质量控制的新概念[J]. 中草药, 2016, 47(9): 1443-1457.
- [2] 王胜升,刘佳隄,李虹. 不同采收期紫苏梗中迷迭香酸的含量测定[J]. 现代农业科技, 2019(7): 196-197.
- [3] 李纳,刘吉爽,张雅蓉,等. 不同采收期红旱莲中金丝桃苷的含量测定[J]. 长春中医药大学学报, 2018, 34(5): 876-879.
- [4] 段金廛,严辉,宿树兰,等. 药材适宜采收期综合评价模式的建立与实践[J]. 中草药, 2010, 41(11): 1755-1760.
- [5] 杨欣欣,包永睿,王帅,等. 不同采收期金银花药材质量评价研究[J]. 时珍国医国药, 2015, 26(6): 1466-1468.
- [6] 毛淑敏,许家珍,周帅飞,等. 苯酚-硫酸法联合 DNS 法测定金银花不同花期多糖的含量[J]. 中南药学, 2015, 13(1): 65-67.
- [7] 席鹏洲,张燕,马存德,等. 不同采收时间对红花质量的影响[J]. 现代中药研究与实践, 2016, 30(3): 1-3+20.
- [8] 中国药材公司编著. 中国中药资源志要[M]. 北京: 科学出版社, 1994.
- [9] Luo, G., Zhou, M., Liu, Y., et al. (2014) 3-Formyl-2-Arylbenzofurans from the Aerial Parts of *Itea ilicifolia*. *Phytochemistry Letters*, **10**, 19-22. <https://doi.org/10.1016/j.phytol.2014.06.019>
- [10] Lang, T.-Q., Luo, G.-Y., Pu, W.-C., Wang, Z.-W., et al. (2022) Three New 3-Formyl-2-Arylbenzofurans from *Itea yunnanensis* and Their Anti-Hepatocellular Carcinoma Effects. *Natural Product Research*, **36**, 1205-1214. <https://doi.org/10.1080/14786419.2020.1867130>
- [11] 刘春雷,刘燕琴,陈艾萌,等. 不同栀子品系果实中活性成分累积规律探究[J]. 中成药, 2021, 43(2): 436-440.