https://doi.org/10.12677/ojns.2017.52014

Study on Chemical Constituents of *Valeriana* fauriei Briq. in Jilin Province

Zhongwei Zhao

Changchun University, Changchun Jilin Email: cczhaozhongwei@163.com

Received: Mar. 23rd, 2017; accepted: Apr. 4th, 2017; published: Apr. 7th, 2017

Abstract

Objective: This study mainly regards north of valerian in Jilin province as the research object, collecting samples of the north valerian and researching by literature review, pharmacognosy, chemical composition analysis and determination. Methods: The determination of extractives and volatile oil refers to the method provided in Chinese Pharmacopoeia 2015, identifying the hesperidin and chlorogenic acid composition of valerian by TLC to determine the content of valerian pigment by HPLC. Results: It describes the characteristics of roots and rhizomes of north of valeriana. The content of water soluble extract was 9.23%, the content of alcohol soluble extract was 3.48%, the content of volatile ether extract was 1.28%. In this study, the determination of hesperidin and chlorogenic acid was through TLC. Valerian pigment measured by HPLC was 5.29 mg/g. Conclusion: The experiment of Pharmacognosy identification, research and analysis of the determination of chemical compositions, can be used to provide theoretical guidance for the medicinal value of north of valerian in Jilin province, to provide reference for further research and development of the Chinese traditional medicine.

Keywords

Valeriana fauriei Briq., Extract, Hesperidin, Chlorogenic Acid

吉林省北缬草的化学成分研究

赵忠伟

长春大学, 吉林 长春

Email: cczhaozhongwei@163.com

收稿日期: 2017年3月23日; 录用日期: 2017年4月4日; 发布日期: 2017年4月7日

摘要

目的: 本项研究主要是以吉林省北缬草为研究对象,收集北缬草样品,对其进行文献查考、生药学鉴定、

文章引用: 赵忠伟. 吉林省北缬草的化学成分研究[J]. 自然科学, 2017, 5(2): 99-105. https://doi.org/10.12677/ojns.2017.52014

化学成分含量测定与分析方面的研究。方法:采用2015版《中国药典》规定的方法进行浸出物测定和挥发油测定,采用薄层色谱法鉴别缬草中的橙皮苷及绿原酸成分。采用高效液相色谱法进行缬草中缬草素的含量测定。结果:描述了北缬草根及根茎的性状特征。水溶性浸出物含量为9.23%,醇溶性浸出物的含量为3.48%,挥发性醚浸出物含量为1.28%。通过薄层鉴别确定成分中含有橙皮苷和绿原酸。高效液相色谱法测得缬草素的含量为5.29 mg/g。结论:本实验进行的生药学鉴定,化学成分含量测定与分析方面的研究,可以为吉林省北缬草的药用价值利用提供理论指导,为深入研究开发该中药提供参考。

关键词

北缬草, 浸出物, 橙皮苷, 绿原酸

Copyright © 2017 by author and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY). http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/



Open Access

1. 引言

缬草(Valeriana officinalis L.)为败酱科(Valerianaceae)缬草属(Valeriana L.)植物,多年生草本植物,根及根茎入药[1]。在我国最早开始应用缬草属植物是在明代李时珍的著作《本草纲目》[2],记载着缬草属中的蜘蛛香。世界缬草属植物大概有 250 多种,在气候温和潮湿的地区多有分布,在欧洲、亚洲、美洲都有产。中国产的缬草属植物,至今已经出产 20 余种,在东北、华东、西北等地多有分布。东北地区的缬草属植物分布广泛,资源丰富,在大小兴安岭、长白山等地区以及东北大平原的湿草甸、沼泽化草甸、河边湿地以及较湿润的林内或灌丛间,都产有缬草属植物。吉林省产缬草植物主要有黑水缬草、北缬草及毛节缬草[3]。缬草味辛、甘、性温,具有清热、解毒、镇静、消肿止痛。用于治疗神经衰弱、腹胀痛、月经不调、跌打损伤、瘟疫等[4]。其根茎长期以来一直作为镇静药用于民间。

北缬草(Valeriana fauriei Briq.)见图 1, 败酱科(Valerianaceae)缬草属(Valeriana L.)植物,是多年生草本植物,在中国的吉林省的长白山脉地区分布,国外多产于日本、朝鲜、俄罗斯等地。我们对北缬草进行药材性状以及化学成分的研究,进一步完善吉林省缬草属植物的研究内容。为吉林省产缬草的开发利用提供参考依据。



Figure 1. Valeriana fauriei Briq. 图 1. 北缬草

2. 实验

2.1. 实验材料

缬草 Valeriana officinalis Linn, 采自吉林省。

2.2. 实验仪器及试剂

高效液相色谱仪(日本岛津)。

水合氯醛,正己烷,二氯甲烷,甲醇,乙醇,蒸馏水,乙醚,甲醇,冰醋酸,盐酸,以上所有有机溶剂均为分析纯,厂家为北京化工厂。乙腈(液相专用色谱纯),哇哈哈纯净水。硅胶薄层板 GF254(10×10 cm)自制。

2.3. 实验方法与结果

2.3.1. 性状特征

根茎呈短柱状或者头状,较短,长 0.3 cm~1.5 cm,直径 0.3 cm~2 cm。表面呈棕色,地上茎及叶柄 残基在根茎上有残留,呈黄棕色,根四周生密生多数小细根。断面棕黄色,中心成絮状,有空隙;髓部 可见石细胞群,呈黄色斑点。纵切面观察,髓部有多数横隔膜。根多数,具纵皱纹,长 2~12 cm、直径 0.1~2.5 mm;表面棕色,断面灰棕色,质软且不易折断。根及根茎辛、微苦,具特异性气味。

2.3.2. 浸出物测定

采用《中国药典》2015 版[5],分别采用水溶性浸出物测定法,醇溶性浸出物测定法,挥发性醚浸出物测定法测定浸出物含量,实验结果见表 1。

2.3.3 薄层色谱鉴别

精密称取吉林省北缬草干燥粉末 10 g,包在用订书器封好底部,并订紧顶端的滤纸筒中,采用索氏提取器提取,先用正己烷在水浴回流,经过 8 次虹吸后提取至无色。将用正己烷提取后的缬草粉末干燥,用二氯甲烷水浴回流提取至无色,再用甲醇提取至无色,将甲醇部分提取液进行浓缩,并将浓缩液备用。按照此实验方法,分别取吉林省北缬草干燥粉末 10 g,平行提取两次,分别作为供试品溶液 A,供试品溶液 B。

薄层色谱法鉴别甲醇提取所得的橙皮苷的薄层条件:

展开剂:取乙酸乙酯-甲醇-乙酸丁酯-甲酸-水(4:1.5:7:2.5:2.5)混合溶液的上层溶液。

展距: 8.5 cm。

对照品: 橙皮苷(化学结构式见图 2)。

显色:喷 2%三氯化铝乙醇溶液,365 nm 紫外下观察荧光。

实验结果:供试品色谱中,在紫外 365 nm 下观察荧光在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的黄绿色荧光斑点。实验结果见薄层色谱图 3。

结论:该鉴别方法可以证明缬草中含有橙皮苷,鉴别方法具有良好的重现性,可以用于缬草中橙皮苷成分的鉴别。

Table 1. Content of extract 表 1. 浸出物含量

浸出物测定法	测定法 浸出物含量(%)	
水溶性浸出物测定法	9.21	
醇溶性浸出物测定法	3.58	
挥发性醚浸出物测定法	1.32	

薄层色谱法鉴别甲醇提取所得的绿原酸的薄层条件:

展开剂:取乙酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)混合溶液的上层溶液。

展距: 8.5 cm。

对照品:绿原酸(化学结构式见图 4)。

显色: 365 nm 下观察荧光。

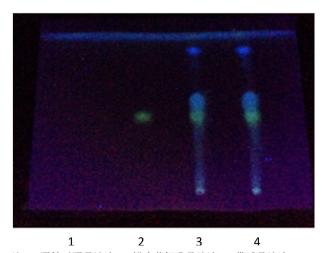
实验结果:供试品色谱中,在紫外 365 nm 下,观察荧光在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的 荧光斑点。实验结果见薄层色谱图 5。

结论:该鉴别方法可以证明缬草中含有绿原酸,鉴别方法具有良好的重现性,可以用于缬草中绿原酸成分的鉴别。

2.3.4. 北缬草中缬草素含量测定

北缬草中化学成分很多,但是起主要药理作用并含量较高的指标性成分是缬草素,缬草素具有镇静、

Figure 2. Chemical structures of hesperidin 图 2. 橙皮苷化学结构式



注: 1 阴性对照品溶液; 2 橙皮苷标准品溶液; 3 供试品溶液 A; 4 供试品溶液 B

Figure 3. TLC of hesperidin 图 3. 橙皮苷薄层色谱图

安神的作用。缬草素是环烯醚萜类化合物,在对其紫外吸收波长及流动相选择上进行了一番摸索,最终确定了效率高,测定方法准确的色谱条件及测定方法。在各文献中,对于北缬草的研究较少。本实验可为北缬草质量控制提供保证。

- 1) 实验方法
- a) 色谱条件

高效液相色谱仪(日本岛津 LC-2010),色谱柱: C_{18} 柱,5 μm; 柱温: 35° $^{\circ}$; 检测波长: 258 nm; 流速: 1.000 ml/min; 流动相: 0.2%磷酸溶液: 乙腈(40:60)。

b) 对照品溶液的制备

制成每 1 ml 含 0.251 mg 的缬草素对照品溶液,即得[6]。

c) 供试品溶液的制备

精密称取缬草药材干燥粉末 2 g,置于 $100 \, ml$ 干燥的带盖锥形瓶中,加入精密量取的 $50 \, ml$ 甲醇,超声提取 $1 \, h$,超声后比较超声前后重量变化,加入甲醇,补足减少的质量,滤过,取续滤液,过 $0.45 \, \mu m$ 微孔滤膜即得缬草素供试品溶液。

d) 线性关系的考察

分别精密吸取 0.251 mg/ml 的缬草素对照品溶液 6 μ l,8 μ l,10 μ l,12 μ l,14 μ l,16 μ l 进行测定,缬草素对照品的进样量为横坐标,以缬草素对照品的峰面积值为纵坐标,绘制标准曲线,进行线性回归。计算得回归方程为: y=1512.69x+7.03,R=0.9994。表明缬草素质量在 $2.51\sim5.30$ ug 与峰面积之间有较

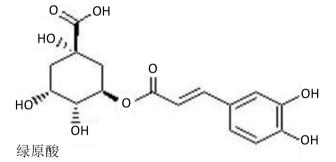
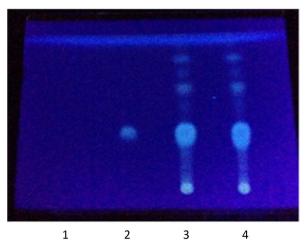


Figure 4. Chemical structure of chlorogenic acid 图 4. 绿原酸化学结构式



注: 1 阴性对照品溶液; 2 绿草酸标准品溶液; 3 供试品溶液 A; 4 供试品溶液 B

Figure 5. TLC chromatogram of chlorogenic acid 图 5. 绿原酸薄层色谱图

Table 2. Determination of sample content 表 2. 样品含量测定

编号	样品含量(mg/g)	平均含量(mg/g)	RSD (%)
1	5.31		
2	5.28	5.29	0.29
3	5.29		

好的线性关系。

2) 精密度试验

依据本实验方法中的色谱条件,精密吸取质量浓度为 0.251 mg/ml 的缬草素对照品溶液,进行 5 次连续进样,每次进样 10 μl,记录缬草素对照品的峰面积,计算得峰面积 RSD 为 0.42%;结果表明仪器精密度良好。

3) 稳定性实验

精密吸取缬草缬草素供试品溶液 $10 \mu l$,依据本实验方法中的色谱条件在下述时间 1 h, 2 h, 3 h, 4 h, 5 h, 6 h, 12 h, 24 h 进行含量测定,计算得峰面积 RSD 为 0.81%,结果表明供试品溶液在 24 小时内稳定,此方法有较好的稳定性。

4) 重现性试验

取同一批缬草样品,按上述条件配制 5 份供试品溶液,依据本实验方法中的色谱条件分别精密吸取 10μl,注入高效液相色谱仪,结果缬草供试品缬草素的平均含量为 5.281,样品含量 RSD 为 0.31%,表明重复性良好。

5) 加样回收率实验

精密称取含量已知的同一样品 6 份,每份取 1 g,精密称定,分别精密加入 5.29 mg 对照品,按供试品溶液制备方法操作,依据本实验方法中的色谱条件,分别精密注入高效液相色谱仪 10 μ l 测定,计算加样回收率,结果平均回收率为 99.20%,RSD 为 0.56%。

6) 样品含量测定

依照上述实验方法测定三次样品含量,结果见表 2。

结论:经过多次实验,每克缬草提取物中缬草素的含量不低于 5.29 mg。

3. 讨论

通过对吉林省北缬草的生药学及化学成分研究,测得缬草浸出物含量及颜色,比较所得缬草中极性大,溶于水的化学物质含量较多,且存在挥发性成分。在薄层色谱实验中,通过提取方法及展开溶液的不断选择,最终定下了上述的实验方法,色谱图中斑点清晰,分离效果好,证明了缬草中含有橙皮苷和绿原酸成分。橙皮苷在中成药中应用广泛,在治疗心血管类疾病中效果显著。因为橙皮苷能够保持渗透压稳定,提高毛细血管的韧性。而绿原酸因为能够抗炎灭菌,也在医药领域得到了广泛的应用。通过不断摸索条件,最终确定有效,准确的缬草中缬草素含量的测定方法,高效液相色谱法测得缬草素的含量为5.29 mg/g。本实验进行的生药学鉴定,化学成分含量测定与分析方面的研究,对保证北缬草的质量规范化以及其在临床中的应用都有深远意义,同时能够为深入研究开发该中药资源提供参考,奠定基础。

基金项目

吉林省自然基金项目(20140101129jc)资助资金8万。

参考文献 (References)

- [1] 陈磊. 中国缬草属药用植物的生药鉴定和资源利用研究[D]: [硕士学位论文]. 上海: 第二军医大学, 2002.
- [2] 李时珍. 本草纲目(草部)第 14 卷[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1991: 854.
- [3] 傅沛云. 东北植物检索表(第 2 版)[M]. 北京: 科学出版社, 1995: 627-629.
- [4] 邓君. 缬草的研究进展[J]. 国外医药(植物药分册), 2000, 15(2): 53-56.
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 2015 版(一部) [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
- [6] 石晋丽. 国产缬草属药用植物资源的研究[D]: [硕士学位论文]. 北京: 北京中医药大学, 2004.



期刊投稿者将享受如下服务:

- 1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
- 2. 为您匹配最合适的期刊
- 3. 24 小时以内解答您的所有疑问
- 4. 友好的在线投稿界面
- 5. 专业的同行评审
- 6. 知网检索
- 7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: http://www.hanspub.org/Submission.aspx

期刊邮箱: ojns@hanspub.org