

# 河南产冬凌草的质量评价

李高申, 张伟\*, 彭涛, 郭梅珍  
(黄河科技学院, 郑州 450063)

**[摘要]** **目的:**对产于河南济源地区不同品种冬凌草资源进行质量评价。**方法:**以冬凌草甲素为对照,按照《中国药典》(2010年版),采用高效液相色谱法,Agilent TC-C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相甲醇-水(55:45),检测波长 239 nm,柱温 25 ℃,流速 1 mL·min<sup>-1</sup>,对收集到的 34 个不同品种冬凌草中冬凌草甲素的含量进行测定。回归方程为  $Y = 1.006X + 9.046$  ( $r = 0.9999$ ),线性范围在 0.488~4.88 μg 与峰面积线性关系良好,平均回收率为 98.80%,RSD 2.17%。**结果:**不同品种的冬凌草中冬凌草甲素的含量有显著的差异,其中最低含量是 0.63%,最高含量是 1.98%,均符合药典标准。**结论:**冬凌草甲素是冬凌草的主要有效成分,可以作为冬凌草质量评价的一个重要指标。本方法简单易行,重复性好且分离度高,为评价冬凌草的质量提供科学依据。

**[关键词]** 冬凌草;冬凌草甲素;不同品种;质量评价

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)16-0094-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013160094

## Quality Evaluation of *Rabdosia rubescens* in Henan

LI Gao-shen, ZHANG Wei\*, PENG Tao, GUO Mei-zhen

(Huanghe Science and Technology College, Zhengzhou 450063, China)

**[Abstract]** **Objective:** To evaluate the quality of *Rabdosia rubescens* from different varieties collected in Jiyuan of Henan Province. **Method:** According to the Chinese Pharmacopoeia (2010 edition), HPLC was used to investigate the content of oridonin in 34 different varieties with oridonin as control. The analytical column was a Agilent TC-C<sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 μm), mobile phase: methanol-water (55:45), UV detection wavelength 239 nm, the flow rate was 1 mL·min<sup>-1</sup>, and the temperature of column was 25 ℃. The regression equation was  $Y = 1.006X + 9.046$  ( $r = 0.9999$ ), which showed the good linear relation in the range of 0.488-0.88 μg, and the average recovery was 98.80%, the repetitive RSD was 2.17%. **Result:** There were significant differences in the content of oridonin of *R. rubescens* from different varieties, the minimum content was 0.63%, and the highest content was 1.98%. The content of oridonin in all samples accorded with the pharmacopoeia standards. **Conclusion:** The oridonin was a main active ingredient in this plant, it could be used as an important indicator for the quality evaluation. This method of quality evaluation was simple, reproducible and which had a high degree of separation. It provided scientific basis for the assessment of the quality of *R. rubescens*.

**[Key words]** *Rabdosia rubescens*; oridonin; different cultivars; quality evaluation

冬凌草别名冰凌草、破血丹、六月令或山茱,为唇形科香茶菜属植物碎米桠的全草,小灌木,主产于河南以及黄河流域以南地区<sup>[1]</sup>。其味苦、甘,性微

寒,具有清热解毒、健胃活血、消炎止痛等功效<sup>[2]</sup>,用于治疗咽喉肿痛、蛇虫咬伤、扁桃腺炎及食管癌、肝癌、贲门癌、肺癌、膀胱癌、前列腺癌等症<sup>[3]</sup>。河

**[收稿日期]** 20130415(016)

**[基金项目]** 河南省科技攻关重点项目(122102310647);河南省教育厅科学技术研究重点项目(13B360981)

**[第一作者]** 李高申,硕士,副教授,从事中医学教学与研究,Tel:13939069901,E-mail:hhgaoshen@163.com

**[通讯作者]** \*张伟,硕士,副教授,从事中药活性成分研究,Tel:0371-66607902,E-mail:zzzwwwqq@126.com

南济源市冬凌草资源丰富,且种群独特,早在2006年,国家质检总局确定济源冬凌草为地理标志保护产品。现代化学研究表明冬凌草中含有单萜、二萜、三萜等萜类化合物、挥发油、甾体、黄酮、生物碱和有机酸等成分<sup>[4]</sup>。其中二萜和三萜类是主要有效成分,而二萜中的主要有效成分为冬凌草甲素<sup>[5]</sup>。我们以冬凌草甲素作为质量指标,参照《中国药典》(2010年版),建立高效液相色谱法测定34个不同品种冬凌草中冬凌草甲素含量的方法,以期对河南冬凌草资源的合理开发和该药材的质量评价提供科学依据。

## 1 材料

34种冬凌草于2012年7月采集于河南省济源地区,由河南大学中药研究所生药教研室李昌勤副教授鉴定为唇形科香茶菜属植物碎米桠 *Rabdosia rubescens* (Hemsl.) Hara,标本存于河南大学中药研究所。

冬凌草甲素对照品购自四川省维克奇生物科技有限公司(批号120314),甲醇为色谱纯,水为娃哈哈饮用纯净水(浙江杭州娃哈哈有限公司),其他试剂均为分析纯。

Agilent 1260型高效液相色谱仪,Agilent chemstation工作站,Agilent G1314F型可变波长检测器,KQ-500 DB型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),AL104型电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司],101型电热鼓风干燥箱(北京中兴伟业仪器有限公司)。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Agilent TC-C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-水(55:45),检测波长239 nm,柱温25℃,流速1 mL·min<sup>-1</sup>,进样量10 μL。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取冬凌草甲素对照品2.44 mg,置于10 mL量瓶中,加甲醇至满刻度并充分溶解,制成244 mg·L<sup>-1</sup>的对照品溶液,即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 参照文献[6-10]将各品种冬凌草取叶置于烘箱中50℃干燥至恒重,粉碎,分别量取粉末(过4号筛)约1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50 mL,称定质量,放置30 min,超声处理(功率250 W,频率40 kHz)30 min,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,吸取上清液,用0.45 μm的微孔滤膜滤过,备用。

**2.4 标准曲线的制备** 精密吸取对照品溶液(244 mg·L<sup>-1</sup>)分别进样2,6,8,10,15,20 μL,测定峰面积。以进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,结果表明冬凌草甲素进样量在0.488~4.88 μg呈良好线性关系,回归方程 $Y = 1\ 006X + 9.046$ ( $r = 0.999\ 9$ )。

**2.5 精密度试验** 精密吸取244 mg·L<sup>-1</sup>的对照品溶液5 μL,重复进样6次,测定冬凌草甲素峰面积并计算平均值,RSD 1.54%,结果表明仪器精密度良好。

**2.6 重复性试验** 精密称取同一供试品6份(每份1 g),按照2.3项方法制备供试品溶液,在2.1项色谱条件下进样10 μL,测定冬凌草甲素含量,结果RSD 1.60%,表明此方法重复性良好。

**2.7 稳定性试验** 精密吸取同一供试品溶液10 μL,在2.1项色谱条件下,分别于0,4,8,12,16,20,24 h后进样,测定冬凌草甲素峰面积,结果RSD 1.76%,表明冬凌草甲素在12 h内稳定。

**2.8 加样回收率试验** 精密称取同一供试品粉末9份,每份约0.5 g,置于50 mL量瓶,分别加入一定量的对照品,按上述色谱条件进样,计算加样回收率,结果见表1。

表1 冬凌草甲素的加样回收率试验(n=9)

No.	称样量/mg	样品中含量/mg	测得总量/mg	检出量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	495.90	6.645 1	13.363 1	6.718 0	99.97		
2	494.54	6.626 9	13.358 7	6.731 8	100.18		
3	506.78	6.790 9	13.079 7	6.288 8	93.58		
4	508.98	6.820 3	13.370 3	6.550 0	97.47		
5	508.23	6.810 3	13.437 2	6.626 9	98.61	98.77	2.17
6	505.25	6.770 3	13.435 6	6.665 3	99.19		
7	513.57	6.881 9	13.617 6	6.735 7	100.23		
8	501.10	6.714 8	13.407 2	6.692 4	99.59		
9	503.22	6.743 2	13.469 8	6.726 6	100.10		

注:加入量均为6.72 mg。

**2.9 含量测定** 分别精密称取34个不同品种样品1.0 g,每个品种样品做3份平行,按上述供试品溶

液的制备方法,每个进样10 μL,分别进行含量测定,记录色谱峰面积,色谱图见图1,计算冬凌草甲

素的含量。冬凌草甲素的含量按干燥品计算,结果见表 2。

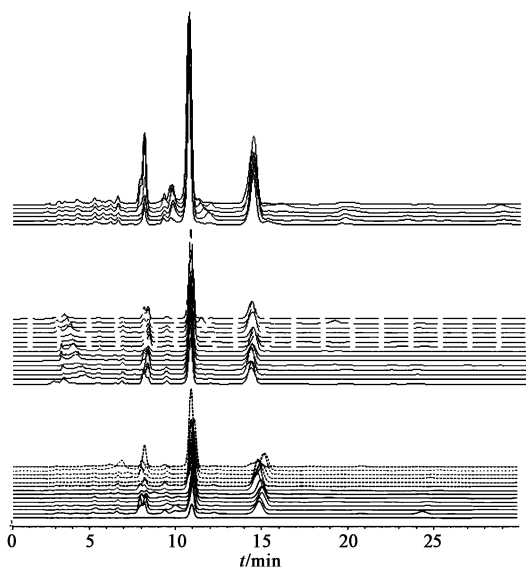


图 1 34 批冬凌草的色谱

表 2 冬凌草中冬凌草甲素的含量测定 %

样品	冬凌草甲素	样品	冬凌草甲素	样品	冬凌草甲素
A1	1.34	A13	0.73	A24	1.40
A2	1.20	A14	1.05	A25	0.93
A3	1.36	A15	1.44	A26	0.70
A4	1.37	A16	1.18	A27	1.34
A5	1.27	A17	0.99	A28	1.24
A6	1.16	A18	1.26	A29	1.17
A7	1.98	A19	0.92	A30	1.37
A8	0.86	A20	0.91	A31	1.27
A9	0.70	A21	1.19	A32	0.63
A10	0.69	A22	1.54	A33	1.44
A11	1.08	A23	0.93	A34	0.77
A12	0.73				

### 3 结论与讨论

本实验之所以采用河南济源冬凌草,除了济源冬凌草资源丰富,种群独特外,还因为文献报道<sup>[11]</sup>河南济源冬凌草中冬凌草甲素含量最高。郑晓珂等<sup>[12]</sup>研究发现 7 月份采收冬凌草质量最佳,不仅如此,靖慧军等<sup>[13]</sup>还报道了冬凌草甲素主要集中在冬凌草叶中。因此我们在实验中选用了 7 月份冬凌草的叶。

从表 1 可以看出,冬凌草甲素的最低含量是 0.63%,最高含量是 1.98%,平均含量为 1.12%。由 2010 年版《中国药典》规定冬凌草中冬凌草甲素的含量 $\geq 0.25\%$ ,可知河南济源冬凌草含量均符合

药典标准。综上所述,不同品种的冬凌草中冬凌草甲素的含量不同,且差异很大,即不同品种的冬凌草其内在质量有差异。冬凌草甲素作为冬凌草质量的评价依据具有科学性和可行性,应将不同地区的地域特征(及环境综合机制)作为冬凌草质量评价和控制的重要参考依据,本研究为其合理利用和质量控制提供了一定的理论和实践依据。但是其质量评价的方法仍然比较单一,可考虑进一步综合运用其他方法对冬凌草的质量进行控制,这样更加科学和全面地评价冬凌草的质量。

### [参考文献]

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草. 第 19 卷[M]. 上海:上海科学技术出版社,1999:150.
- [2] 南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 2 版. 上海:上海科学技术出版社,2006.
- [3] Takayuki I, Sophie S. Chen Xianjun, et. al. Oridonin induces growth inhibition and apoptosis of a variety of human cancer cells [J]. Int J Oncol,2003, 23:1187.
- [4] 尹峰,梁敬钰,刘净. 冬凌草化学成分的研究[J]. 中国药科大学学报,2003,34(4):302.
- [5] 郭萍,李玉山,郭远强. 冬凌草化学成分和药理活性研究进展[J]. 药物评价研究,2010,33(2):144.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:106,附录:34.
- [7] 金珠,周丽莉. 高效液相色谱法测定冬凌草中冬凌草甲素及冬凌草乙素的含量[J]. 时珍国医国药,2004, 15(6):321.
- [8] 王坤,张振秋. HPLC 法测定冬凌草药材中冬凌草甲素和迷迭香酸的含量[J]. 中药材,2007, 30(11):1396.
- [9] 李可强,王坤,张振秋. HPLC 切换波长法同时测定冬凌草片中迷迭香酸和冬凌草甲素含量[J]. 中成药,2008, 30(4):526.
- [10] 段晓颖,高卫芳,张辉,等. HPLC 测定冬凌草饮片中冬凌草甲素含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2010, 16(5):59.
- [11] 廖伟玲,杜卓,张婷,等. 不同产地冬凌草定性定量质量评价[J]. 中南药学,2010,8(12):912.
- [12] 郑晓珂,董三丽,冯卫生. 冬凌草的质量控制研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2005,11(2):10.
- [13] 靖慧军,陈随清,冯卫生,等. 冬凌草不同部位迷迭香酸及冬凌草甲素的含量测定[J]. 中药材,2004,27(6):413.

[责任编辑 顾雪竹]