

HPLC 测定翼茎白粉藤中岩白菜素的含量

刘元*, 宋志钊, 文志云

(广西中医药研究院, 南宁 530022)

[摘要] 目的: 建立翼茎白粉藤中岩白菜素的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法, 以 Appollo-C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 为分离柱, 以甲醇-水 (22:78) 为流动相, 286 nm 为检测波长, 柱温为室温。结果: 岩白菜素在 10.6 ~ 169.6 mg · L⁻¹, 峰面积与其质量浓度呈良好线性关系 ($r = 0.999 2$), 平均回收率为 100.5%, RSD 1.53% ($n = 6$)。结论: 该方法简便、准确、重复性好, 可作为该药材含量测定方法。

[关键词] 翼茎白粉藤; 高效液相色谱法; 岩白菜素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)14-0079-02

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120515.1545.016.html>

[网络出版时间] 2012-05-15 15:45

Determination of Bergenin in *Cissus pteroclada* by HPLC

LIU Yuan*, SONG Zhi-zhao, WEN Zhi-yun

(Guangxi Institute of Chinese Medicine & Pharmaceutical Science, Nanning 530022, China)

[Abstract] **Objective:** To develop an HPLC method for detecting bergenin in *Cissus pteroclada*. **Method:** An Appollo-C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used. The mobile phase consisted of methanol-water (22 : 78). The detection wavelength was 286 nm and the column temperature was room temperature. **Result:** Bergenin showed a good linear relationship at the range of 10.6 to 169.6 mg · L⁻¹, $r = 0.999 2$. The recovery and RSD were 100.5% and 1.53% ($n = 6$), respectively. **Conclusion:** This method was proved to be simple, accurate and repeatable to determine the content of bergenin in *C. pteroclada*.

[Key words] *Cissus pteroclada*; HPLC; bergenin

翼茎白粉藤, 别名四方藤、宽筋藤, 为葡萄科白粉藤属植物翼茎白粉藤的干燥藤茎。本品始载于《陆川本草》, 之后散见于我国一些中草药专著和南方地区中草药手册或植物学专著中, 如《广西中药志》、《广西本草选编》、《广西药用植物名录》等, 也是瑶药“虎牛钻风”中的四方钻^[1], 具有祛风除湿, 活血通络之功效, 用于风湿痹痛、腰肌劳损、肢体麻痹、跌打损伤^[2]。目前翼茎白粉藤尚未有法定标

准, 有关其质量控制也未见报道, 翼茎白粉藤中含有岩白菜素, 岩白菜素具有镇痛、镇静及安定作用^[3], 因此考察四方藤中指标成分岩白菜素的含量测定方法, 可作为控制本品质量标准的指标之一。本研究参考相关文献^[4-5]采用高效液相色谱法测定翼茎白粉藤中岩白菜素的含量, 为翼茎白粉藤的质量控制提供了检测依据。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-20ATVP 液相色谱仪, 检测器 SPD-20AVP, 威玛龙色谱工作站。岩白菜素对照品 (批号 1532-200202, 由中国药品生物制品检定所提供, 供含量测定用)。水为高纯水, 其余所用试剂均为分析纯。翼茎白粉藤 *Cissus pteroclada* Hastata 药材 [批号 20110228 (上思), 20100321 (防城), 20110411 (金秀六甲水库) 20110609 (靖西), 20110429 (南宁市售)、20110721-1、20110721-1 (金秀

[收稿日期] 20111121009

[基金项目] 广西科技攻关项目 (桂科攻 0992003-22); 广西壮药质量标准 (第二卷) 研究项目 (MZ Y2010049); 广西区卫生厅自筹经费科研课题 (Z2011276)

[通讯作者] * 刘元, 高级实验师, 从事中药药理学研究与新药开发, Tel: 0771-5869102, E-mail: liuyuan0821@vip.163.com

市售)] ,均由我院中药所方鼎教授采集并鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Appollo-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 检测波长为 286 nm, 流动相甲醇-水 (22:78), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 柱温为室温, 理论塔板数按岩白菜素峰计算不低于 3 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取岩白菜素对照品适量, 加流动相制成每 1 mL 含 40 μg 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品药材粉末 (过 40 目筛) 0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入流动相 25 mL, 称定质量, 超声提取 30 min, 放冷, 再称定质量, 用流动相补足缺失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 标准曲线及线性范围考察 精密称取岩白菜素对照品 10.6 mg, 置 25 mL 量瓶中用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成 424 mg·L⁻¹ 对照品溶液, 备用。分别精密吸取岩白菜素对照品溶液 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 进样 10 μL, 测定, 计算, 以对照品进样量 (mg·L⁻¹) 为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y) 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 6\ 136.9X - 4\ 591.9$ ($r = 0.999\ 2$)。结果表明, 岩白菜素在 10.6 ~ 169.6 mg·L⁻¹ 与峰面积积分值呈线性关系。

2.5 精密度试验 分别精密吸取同一供试品溶液 (批号 100321) 各 10 μL, 连续进样 5 次, 依次测定峰面积值, 即得。测得供试品 RSD 为 1.06%, 表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 取同一批号 (100321) 样品, 按供试品溶液制备方法制备 6 份, 分别进样, 测定, 即得。结果测得岩白菜素平均为 14.2 mg·g⁻¹, RSD 1.21%。表明该方法重复性良好。

2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液分别于 0, 4, 8, 12, 16 h 进行测定, 即得。结果供试品中岩白菜素含量的 RSD 1.43%, 表明供试品溶液在 16 h 内保持稳定。

2.8 加样回收试验 精密称取已测知含量的同一批号供试品 0.05 g (14.2 mg·g⁻¹) 6 份, 加入 424 mg·L⁻¹ 岩白菜素对照品溶液 1.7 mL, 按供试品制备项下方法进行提取, 测定, 结果岩白菜素平均回收率为 100.5%, RSD 1.53%, 见表 1。

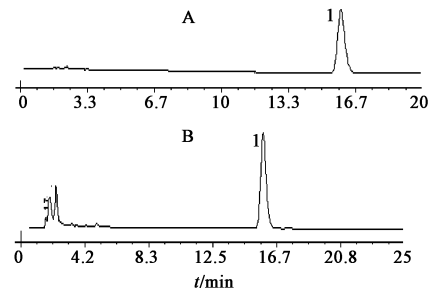
2.9 样品测定 按供试液的制备及检测方法, 测定 7 批翼茎白粉藤药材中岩白菜素的含量, 见表 2。

表 1 翼茎白粉藤中岩白菜素加样回收试验

No.	取样量 /g	样品中含量 /μg	加入量 /μg	测得量 /μg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.050 0	710.0	720.8	1 432.5	100.2		
2	0.050 2	712.8	720.8	1 444.1	101.4		
3	0.050 4	715.6	720.8	1 428.8	98.9		
4	0.050 0	710.0	720.8	1 451.1	102.8	100.5	1.53
5	0.050 0	710.0	720.8	1 422.1	98.8		
6	0.050 6	718.5	720.8	1 446.3	101.0		

表 2 7 批翼茎白粉藤药材中岩白菜素测量 %

批号	产地	质量分数
20100321	防城	1.60
20110228	上思	1.47
20110411	金秀六甲水库	1.82
20110429	南宁市售	2.80
20110609	靖西	1.61
20110721-1	金秀市售	2.88
20110721-2	金秀市售	2.76



A. 对照品; B. 翼茎白粉藤药材; 1. 岩白菜素

图 1 翼茎白粉藤中岩白菜素色谱

3 讨论

对岩白菜素对照品溶液进行紫外扫描, 结果其在 286 nm 处有最大吸收, 故确定检测波长为 286 nm, 考察不同比例甲醇-水流动相, 最后确定甲醇-水 (22:78) 的比例较为适合。

本分析方法精密度高, 准确度、重复性都比较好, 并且操作简便、快捷, 为翼茎白粉藤药材的质量评价提供了良好的依据。

[参考文献]

- [1] 戴斌, 李钊东, 丘翠嫦, 等. “虎牛钻风”类传统瑶药的调查研究 [J]. 中国民族民间医药杂志, 1998, 31(2): 28.
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草. 第 5 册 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 287.
- [3] 潘保强, 濮全龙. 四方藤化学成分研究简报 [J]. 中草药, 1981, 12(6): 45.
- [4] 中国药典. 一部 [S]. 2010: 338.
- [5] 王青. HPLC 法测定复方矮地茶片中岩白菜素的含量 [J]. 湖南中药杂志, 2009, 25(6): 105.

[责任编辑 顾雪竹]