

大花红景天中草质素苷含量分析

李青, 宋志前, 曾林燕, 夏磊, 曹玉娜, 魏征, 刘振丽*
(中国中医科学院中医基础理论研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的:测定 11 个批次大花红景天样品中草质素苷的含量,为红景天质量标准的制订提供参考。方法:采用 HPLC 测定,Zorbax SB-C₁₈(4.6 mm × 250 mm,5 μm)色谱柱;流动相乙腈-0.2% 醋酸(22:78);流速 1.0 mL·min⁻¹;检测波长 332 nm;柱温 40 °C。结果:11 个样品中草质素苷含量为 0.033% ~ 0.765%。结论:大花红景天中草质素苷含量测定方法方便、准确。

[关键词] 红景天;草质素苷;含量

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2012)02-0114-02

红景天为景天科植物大花红景天的干燥根和根茎^[1]。具有滋补强壮、扶本固正、活血止血、补肾、清热润肺等功效。主要化学成分包括醇及其苷类、黄酮类、酚类等。《中国药典》规定了红景天苷限量标准^[1]。另有测定其中酪醇、没食子酸^[2]含量的报道。未见国内文献测定其中黄酮类成分草质素苷含量的报道。本文对 11 个批次大花红景天中草质素苷含量进行了测定,为评价红景天质量提供科学基础。

1 材料

高效液相色谱仪 HP1100, G1379A 脱气机, G1311A 四元泵, G1313A 自动进样器, G1316A 恒温箱, G1315B DAD 检测器, HP 化学工作站。TCQ-250 超声波清洗器(北京医疗设备二厂); Sartorius CP

225D 电子天平;红景天饮片样品均经北京中医药大学刘春生教授通过显微鉴定和分子鉴定,确定为景天科大花红景天 *Rhodiola crenulata* (Hook. f. et Thoms.) H. Ohba 的干燥根和根茎。草质素苷(批号 85571-15-9)对照品购于上海笛柏化学品技术有限公司,经制备液相纯化,纯度 ≥ 98.0%。乙腈为色谱纯(美国 Fisher 公司),醋酸为分析纯(天津市福晨化学试剂厂),水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Zorbax SB-C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)色谱柱,流动相乙腈-0.2% 醋酸(22:78),流速 1.0 mL·min⁻¹,检测波长 332 nm,柱温 40 °C,见图 1。

2.2 对照品溶液制备 取草质素苷对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并制成 0.191 g·L⁻¹的溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取各供试品粉末(过四号筛)约 0.5 g,精密称定,置锥形瓶中,精密加入甲醇 10 mL,称定质量,超声处理 30 min,放冷,再称

[收稿日期] 2011-09-26

[通讯作者] *刘振丽, Tel: 010-64014411-2503, E-mail: zhenli-liu@sina.com

黄芪与广、粉防己的配伍影响马兜铃酸、粉防己碱的溶出率,与黄芪中的皂苷、黄酮、多糖等复杂的化学成分相关机制有待进一步研究。但从化学与药理学角度来看,似乎可以推测黄芪配伍可使广防己的毒性作用减弱,使粉防己的药理作用增强。本结果为认识黄芪与广、粉防己的增效减毒作用提供了一定的化学上的依据,提示复方汤药制备中药物成分之间相互影响是引起方药配伍效用的重要环节之一。

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2005:116.

[2] 仇良栋,陈志明. 广防己有效成分的分离鉴定[J]. 药学通报,1981,16(2):117.

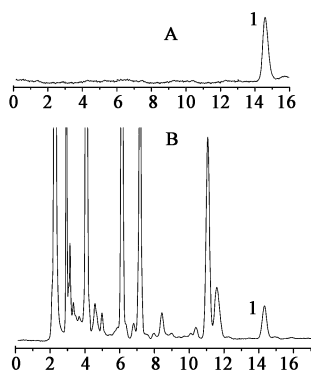
[3] 肖培根. 新编中药志[M]. 第三卷. 北京:化学工业出版社,2002,131.

[4] 倪诚. 广防己和粉防己及其配伍黄芪的效毒研究[D]. 北京:北京中医药大学博士研究生学位论文,2007.

[5] 冯碧敏,叶云,张昊. 高效液相色谱法测定防己中粉防己碱含量[J]. 药物鉴定,2005,14(11):36.

[6] 吕翠平,郭亚健,张莹. 防己黄芪汤水煎液中二种防己生物碱煎出量测定[J]. 中国实验方剂学杂志,2006,12(12):30.

[责任编辑 蔡仲德]



A. 对照品;B. 供试品;1. 草质素苷

图1 草质素苷含量测定 HPLC 图谱

重,用甲醇补足减失的质量,摇匀,即得。

2.4 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液重复进样5次,草质素苷峰面积积分值的RSD 2.32%。

2.5 线性关系考察 精密吸取对照品溶液1,3,5,7,9 μL ,注入液相色谱仪,以测得的峰面积积分值为纵坐标,进样量为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程, $Y = 166.15X + 1.30$ ($r = 0.9998$),表明草质素苷在0.19 ~ 1.72 μg 线性关系良好。

2.6 稳定性试验 取同一供试品溶液在制备后0,2,4,6,8,10,12,24 h分别进样测定1次,草质素苷峰面积积分值的RSD 2.61%。

2.7 重复性试验 取同一供试品粉末,6份,按供试品溶液制备方法处理,进行含量测定。草质素苷含量的RSD 2.12%。

2.8 回收率试验 取同一供试品粉末0.25 g,6份,精密称定,精密加入草质素苷对照品,按2.3项处理,进行含量测定,计算草质素苷回收率为99.34%,RSD 1.70%,见表1。

表1 草质素苷回收率试验

No.	供试品 取样量 /g	供试品 中量 /mg	添加 的量 /mg	测得 的量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	0.2533	0.0484	0.0480	0.0951	97.29		
2	0.2495	0.0477	0.0480	0.0962	101.04		
3	0.2586	0.0494	0.0480	0.0980	101.25	99.34	1.70
4	0.2454	0.0469	0.0480	0.0947	99.58		
5	0.2507	0.0479	0.0480	0.0956	99.38		
6	0.2517	0.0481	0.0480	0.0949	97.50		

2.9 含量测定 各供试品溶液用0.45 μm 滤膜滤过,取续滤液和各对照品溶液5~10 μL 注入液相色谱仪,测定峰面积,计算含量,见表2。

表2 大花红景天中草质素苷含量

No.	样品采购地	草质素苷/%
1	北京	0.133
2	江西南昌	0.154
3	江西上饶	0.028
4	甘肃兰州	0.197
5	江西吉安	0.162
6	山东威海	0.133
7	江西吉安	0.084
8	江西南昌	0.146
9	青海西宁	0.220
10	江苏宁波	0.244
11	黑龙江哈尔滨	0.650

3 讨论与结论

本文建立了大花红景天中黄酮类成分草质素苷含量测定方法,11个批次大花红景天中草质素苷含量在0.028%~0.650%,高低相差20多倍。但除3#样品的含量很低为0.028%,11#样品的含量很高为0.650%外,其余9个样品的含量都介于0.084%~0.244%,相差3倍之内。

实验中对供试品溶液制备方法进行了考察,比较了超声提取与回流提取,采用正交设计对提取溶剂(甲醇、70%甲醇、50%乙醇)、提取时间(10,30,60 min)和溶剂倍量(10倍、20倍和30倍)也进行了考察,确定0.5 g供试品加入10 mL甲醇,超声提取30 min。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:144.
- [2] 朱曼萍.大花红景天的化学成分及质量研究[D].北京:北京中医药大学硕士论文,2007:67.

[责任编辑 蔡仲德]