

HPLC 测定天麻壮骨丸中天麻素的含量

陈志伟¹, 米之金¹, 张康¹, 文永盛²

(1. 西华大学生物工程学院, 成都 610039; 2. 成都市食品药品检验所, 成都 610044)

[摘要] 目的: 建立天麻壮骨丸中天麻素的高效液相含量测定方法。方法: 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以乙腈、磷酸水溶液为流动相进行梯度洗脱, 检测波长 220 nm, 流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 25 °C。结果: 天麻素在 0.118 8 ~ 2.376 μg 呈良好的线性关系, 平均加样回收率为 99.6%, RSD 2.44%。结论: 方法快速、简便、准确、重复性好, 结果可靠, 可为天麻壮骨丸的质量评价提供有效手段。

[关键词] 天麻壮骨丸; 天麻素; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)21-0116-03

Determination of Gastrodin in Tianma Zhuanggu Pills by HPLC

CHEN Zhi-wei¹, MI Zhi-jin¹, ZHANG Kang¹, WEN Yong-sheng²

(1. Biological Engineering College of Xihua University, Chengdu 610039, China;

2. Chengdu Institute for Food and Drug Control, Chengdu 610044, China)

[Abstract] **Objective:** To establish an accurate method for the determination of Gastrodin in Tianma Zhuanggu Pills. **Method:** Diamonsil C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column in an oven at 25 °C was used, with a gradient elution which consist of acetonitrile and phosphoric acid solution and a UV detector at 220 nm, the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **Result:** The linear ranges of Gastrodin was 0.118 8-2.376 μg. The average recovery was 99.6%, RSD 2.44%. **Conclusion:** The method was simple and accurate, and can be used for the quality control of Tianma Zhuanggu Pills.

[Key words] Tianma Zhuanggu pills; gastrodin; HPLC

天麻壮骨丸为黑色的浓缩丸, 由天麻、独活、人参、细辛等多味中药加工制成, 具有祛风除湿、活血通络、补肝肾、强腰膝的功效, 主要用于治疗风湿阻络、偏正头痛、头晕、风湿痹痛、腰膝酸软、四肢麻木等。该制剂原有质量标准^[1]中未进行含量测定, 鉴于天麻为处方中君药, 故以天麻素为指标成分, 参照相关文献^[1-3], 建立其 HPLC 测定方法。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪, Agilent1200 DAD 二极管阵列检测器, AE-240 型电子天平, AEG220 型

电子天平。

天麻素对照品(110807-200205, 供含量测定用, 由中国药品生物制品检定所提供), 天麻壮骨丸(四川长青制药有限公司提供, 批号 201000603, 201000604, 201000605), 乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Diamonsil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 0.1% 磷酸乙腈溶液为流动相 A, 0.1% 磷酸溶液为流动相 B, 梯度洗脱(0 ~ 20 min, 0.5% ~ 6% A, 20 ~ 21 min, 6% ~ 0.5% A, 21 ~ 35 min, 0.5% A); 检测波长为 220 nm。流速 1 mL·min⁻¹, 柱温 25 °C, 进样量 10 μL。理论板数按天麻素峰计算应不低于 8 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取天麻素对照品

[收稿日期] 20110328(006)

[第一作者] 陈志伟, 工程师, 从事药食两用资源研究与开发。
Tel: 028-87720552, E-mail: chen_zhiwei7720@qq.com

11.88 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液制备 取样品(20100401)适量, 研细, 取粉末约 5 g, 精密称定, 置磨口锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定质量, 加热回流 1 h, 放冷, 用相应的溶剂补足减失的质量, 摇匀, 离心, 精密吸取上清液 25 mL, 加于已处理好的中性氧化铝柱(100~200目, 2 g, 内径 1 cm)上, 用 50% 甲醇 20 mL 洗脱, 收集流出液和洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

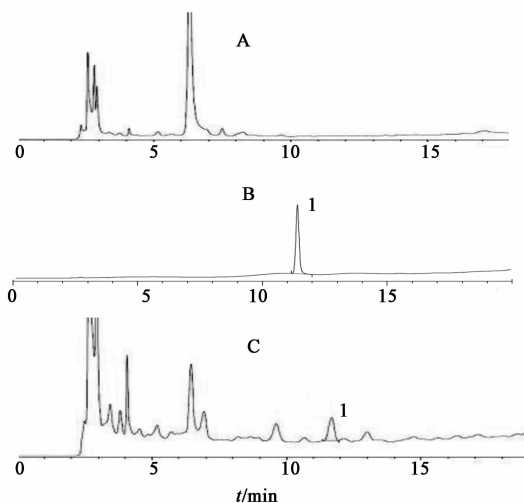
2.4 专属性试验 取缺天麻的阴性样品 5.038 2 g, 按供试品溶液的制备方法制备成缺天麻的阴性对照溶液, 进行测定。结果在与天麻素对照品相应位置处无色谱峰出现, 说明缺天麻阴性样品无干扰。结果见图 1。

供试品溶液, 连续重复进样 5 次, 每次 10 μL , 结果天麻素峰面积 RSD 0.103%, 表明精密度良好。

2.7 重复性试验 取同一批样品(20100401), 研细, 取 5 g, 共 6 份, 精密称定, 按正文含量测定方法平行测定, 结果 6 份样品测得天麻素含量的平均值为 175 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 1.40%。表明, 本法的重复性良好。

2.8 溶液稳定性的考察 取同一批样品(20100401), 按正文含量测定项方法制备供试品溶液, 分别于 0, 4, 8, 16, 24 h 测定结果。色谱峰面积 RSD 为 1.18%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品(20100401, 天麻素含量为 175 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) 研细, 取约 2.5 g, 共 6 份, 精密称定, 分别加入对照品 41.58 μg , 计算加样回收率, 结果见表 1。



A. 阴性; B. 对照品; C. 供试品; 1. 天麻素

图 1 天麻壮骨丸色谱

2.5 线性关系的考察 精密称取天麻素对照品 11.88 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为 1 号对照品溶液, 精密吸取 1, 2, 3, 4, 5 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为 2, 3, 4, 5, 6 号对照品溶液, 分别精密吸取上述对照品溶液 2~6 号各 10 μL 、1 号 10, 15, 20 μL , 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 结果表明, 天麻素进样量在 0.118 8~2.376 μg 与峰面积呈很好的线性关系, 回归方程 $Y = 1789.5X + 9.4727$ ($r = 1.0000$) (X 为天麻素进样量, 单位 μg , Y 为峰面积)。

2.6 精密度试验 取同一批样品(20100401)制得

表 1 天麻素含量测定加样回收率试验

No.	取样量/g	样品含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
1	2.572 7	450	415.8	872	101.48	99.6	2.44
2	2.570 4	450	415.8	860	98.56		
3	2.586 3	453	415.8	879	102.33		
4	2.518 0	441	415.8	850	98.48		
5	2.500 9	438	415.8	836	95.83		
6	2.570 6	450	415.8	870	101.03		

2.10 样品测定 按正文拟定的含量测定方法对 5 批供试品的天麻素含量进行了测定, 结果见表 2。

表 2 供试品中天麻素含量测定 ($n=2$) $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$

样品编号	天麻素		平均值
	1	2	
20100401	170	178	174
20091102	129	135	132
20100603	146	149	148
20100604	130	133	131
20100605	126	127	126

取生产企业提供的天麻药材(与 20100401 批样品对应), 按《中国药典》2010 年版一部^[4] 天麻项下含量测定方法测定, 结果天麻素含量为 0.70%, 药典规定天麻中天麻素的含量不得少于 0.20%。

3 讨论

5 批样品含量测定结果分析, 最高为 174 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$, 最低为 132 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 。通过药材含量测定可知,

黎药角花胡颓子乙酸乙酯萃取部位的化学成分

魏娜, 王勇, 李佩佩, 李洪福
(海南医学院药学院, 海口 571101)

[摘要] 目的: 研究黎药角花胡颓子茎叶乙酸乙酯萃取部位的化学成分。方法: 黎药角花胡颓子茎叶用 70% 乙醇提取后, 依次用石油醚、乙酸乙酯、正丁醇萃取, 对乙酸乙酯萃取部位采用各种柱色谱方法进行分离、纯化, 通过理化性质、薄层色谱及波谱分析等方法对分离得到的化合物进行结构鉴定。结果: 从角花胡颓子茎叶乙酸乙酯萃取部位分离得到 6 个化合物, 分别鉴定为 β -谷甾醇(1), 羽扇豆醇(2), 齐墩果酸(3), 熊果酸(4), α -香树脂(5), β -胡萝卜苷(6)。结论: 化合物 1~6 均为首次从该植物中分离得到。

[关键词] 角花胡颓子; 黎药; 化学成分

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)21-0118-03

[DOI] CNKI:11-3495/R.20110906.1109.008 **[网络出版时间]** 2011-09-06 11:09

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20110906.1109.008.html>

Research on Chemical Constituents of Ethyl Acetate Fraction from Li Nationality Medicine *Elaeagnus gonyanthes Caulis et Folium*

WEI Na, WANG Yong, LI Pei-pei, LI Hong-fu

(School of Pharmaceutical Sciences, Hainan Medical University, Haikou 571101, China)

[Abstract] **Objective:** To study the chemical constituents of ethyl acetate fraction from *Elaeagnus gonyanthes Caulis et Folium*. **Method:** The medicinal plants were first extracted by 70% ethanol-water and then partitioned with petroleum ether, ethyl acetate and n-butanol, respectively. The chemical constituents of the ethyl acetate fraction were separated and purified by column chromatography methods and their structures were identified by physicochemical properties, thin-layer chromatography and spectra analyses. **Result:** 6 compounds were isolated and identified as β -sitosterol (1), lupeol (2), oleanolic acid (3), ursolic acid (4), α -amyrin (5), β -daucosterol (6), respectively. **Conclusion:** All the six compounds were isolated from this plant for the first time.

[收稿日期] 20110516(001)

[基金项目] 海南省自然科学基金项目(30716)

[第一作者] 魏娜, 硕士, 讲师, 从事热带药用植物研究与开发, Tel:0898-31350773, E-mail: weina-0613@163.com

批号 20100401 样品天麻素转移率为 92.8%, 与原药材粉投料转移率相吻合。

本实验经过反复探索, 得出了天麻素的流动相梯度洗脱方法, 使其达到了较好的分离效果。通过对天麻素进行高效液相测定方法的建立, 对天麻壮骨丸的质量控制提供了一定依据。

[参考文献]

[1] 王兴, 周明眉. 天麻中有效成分的提取工艺[J]. 华西

药学杂志, 2003, 18(4): 269.

[2] 聂孝平, 彭艳梅. 高效液相色谱法测定天麻醒脑片中天麻素的含量[J]. 中南药学, 2008, 6(5): 636.

[3] 胡一冰, 崔佳, 韩笑. 中药天麻研究进展[J]. 贵阳中医学院学报. 2001, 23(4): 48.

[4] 中国药典. 一部[S]. 2010.

[责任编辑 蔡仲德]