

麻藤止眩散中天麻素的含量测定方法研究

冀小君^{1,2}, 赵思俊^{2,3}, 张福生², 秦雪梅^{2*}

(1. 山西生物应用职业技术学院, 太原 030031; 2. 山西大学中医药现代研究中心, 太原 030006;
3. 山西省药品检验所, 太原 030001)

[摘要] 目的: 建立麻藤止眩散中天麻素的含量测定方法。方法: 采用高效液相色谱法(HPLC)测定麻藤止眩散中天麻素的含量。采用 C₁₈ 反相键合硅胶柱, 以乙腈-0.1% 磷酸水溶液(3:97)为流动相, 检测波长 220 nm, 流速 1.0 mL·min⁻¹。结果: 天麻素对照品进样量在 0.1~0.8 μg 内呈线性关系($r=0.9998$), 稳定性试验 RSD 0.94%, 精密度试验 RSD 0.76%, 重复性试验 RSD 1.1%, 平均回收率为 98.1%, RSD 1.01%。结论: 该法具有操作简便、灵敏度高、重现性好等特点, 可作为麻藤止眩散的质量控制方法。

[关键词] 麻藤止眩散; 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)14-0073-03

Determination of Gastrodin in Mateng Zhixuan San

Ji Xiao-jun^{1,2}, Zhao Si-jun^{2,3}, Zhang Fu-sheng², Qin Xue-mei^{2*}

(1. Shanxi Biological Application Vocational Technical College, Taiyuan 030031, China;
2. Modern Research Center for Traditional Chinese Medicine, Shanxi University, Taiyuan 030006, China;
3. Shanxi Drug Control, Taiyuan 030001, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the content of gastrodin in Mateng Zhixuan San by HPLC. **Method:** High performance liquid chromatography (HPLC) was applied to determine gastrodin content in Mateng Zhixuan San on RP C₁₈ bonded with silica gel column with acetonitrile-0.1% phosphoric acid water (3:97) as mobile phase, detection wavelength 220 nm, flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **Result:** Gastrodin was linear in the range of 0.1-0.8 μg ($r=0.9998$), RSD was 0.94%, precision test RSD was 0.76% and reproducibility test RSD was 1.1%. The average recovery was 98.1% and RSD was 1.01% ($n=6$). **Conclusion:** The method is simple and sensitive for the quality control of this preparation.

[Key words] Mateng Zhixuan San; gastrodin; HPLC

麻藤止眩散由天麻、钩藤、黄连、法半夏、檀香组

成, 该方以天麻、钩藤为主药, 组方合理, 配伍科学。该方为民间验方, 目前没有含量测定方法。本文采用高效液相色谱法建立了该散剂中天麻素的含量测定方法。

[收稿日期] 2011-03-09

[第一作者] 冀小君, 讲师, 本科, 研究方向: 中药质量控制, Tel: 15333019424, E-mail: shanxi_xf@163.com

[通讯作者] * 秦雪梅, 教授, 博士, 研究方向: 中药质量控制与活性成分, Tel: 0351-7011202, E-mail: qinxm@sxu.edu.cn

1 材料

LC-2010AHT 高效液相色谱仪(日本岛津公

的研究[J]. 兰州医学院学报, 1989, 15(4): 205, 208.

[5] 易进海, 钟帜昌, 罗泽渊, 等. 藏药独一味根化学成分的研究[J]. 药学学报, 1990, 26(1): 37.

[6] 易进海, 钟帜昌, 罗泽渊, 等. 糙苏属和独一味属植物的

化学成分及分类学意义[J]. 中草药, 1992, 23(7): 382.

[7] 中国药典. 一部[S]. 2010: 246.

[责任编辑 蔡仲德]

司);迪马 Kromasil ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);TU-1901 双光束紫外-可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司);LC-solution 色谱工作站(日本岛津公司);天麻素对照品(含量测定用,批号 110807-200205,中国药品生物制品检定所提供);乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯;药材均购自北京同仁堂。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 选用迪马 Kromasil ODS C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱,乙腈-0.1% 磷酸溶液水(3:97)为流动相,柱温为 30 °C,检测波长为 220 nm,流速为 1.0 mL·min⁻¹,分离度大于 1.5,理论塔板数按天麻素计算不低于 5 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取在 80 °C 减压干燥 1 h 的天麻素对照品适量,置量瓶中加甲醇制成浓度为每 1 mL 含 0.05 mg 的溶液,摇匀,微孔滤膜过滤,进样 10 μL,按 2.1 项下色谱条件测定。见图 1。

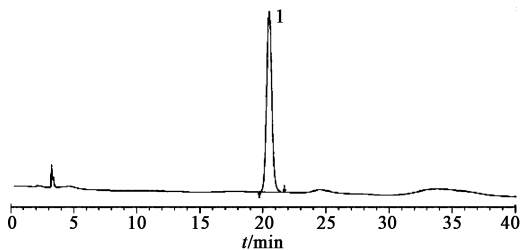
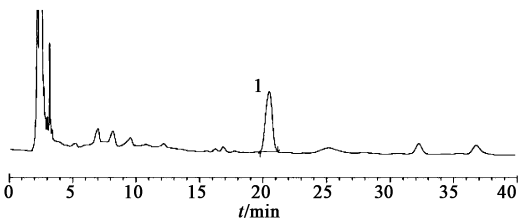


图 1 天麻素(1)对照品色谱图

2.3 供试品溶液的制备及测定 取超微粉碎后的散剂约 1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇 25 mL,称定质量,超声处理(250 W, 33 kHz) 30 min,放冷,再称定质量,用稀乙醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液 10 μL 进样,按 2.1 项下测定即得。见图 2。



1. 天麻素

图 2 供试品溶液的色谱图

2.4 阴性对照液的制备及测定 取处方中除天麻外的全部药味,按成品工艺及供试品溶液的制备方法制备阴性对照品溶液,取续滤液 10 μL 进样,按上述色谱条件进行测定,在天麻素保留时间处,无其他

成分干扰。见图 3。

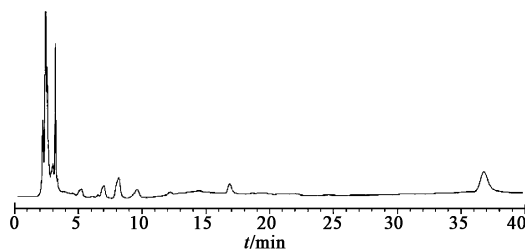


图 3 阴性对照液的色谱图

2.5 方法学考察

2.5.1 标准曲线制备 分别精密吸取 2.0, 4.0, 8.0, 10.0, 12.0, 16.0 μL 质量浓度为 0.050 2 g·L⁻¹ 的对照品溶液注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件测得峰面积。以天麻素进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标进行线性回归,得回归方程 $Y = 280\ 998X - 129\ 754$ ($r = 0.999\ 8$),结果表明天麻素在 0.1 ~ 0.8 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.5.2 稳定性考察 取同一份供试品溶液,分别在制备后 0, 2, 6, 12, 24 h 后按照上述色谱条件测定天麻素的峰面积, RSD 0.94%,结果表明供试品溶液在 24 h 内基本稳定。

2.5.3 仪器精密密度考察 精密吸取同一份供试品溶液,重复进样, RSD 0.76%,结果表明仪器精密密度良好。

2.5.4 重复性试验 取同批样品,依法平行测定 6 份,分别计算天麻素的含量, RSD 1.1%,结果表明该方法的重复性良好。

2.5.5 回收率试验 采用加样回收方法,精密称取已知含量的样品适量,分别加入一定量的天麻素对照品,按前述方法制备供试品溶液,依法测定,按下列公式计算回收率,结果见表 1。

3 讨论

在临床用药中,天麻常用来缓解头晕、头痛等症状,现代研究表明天麻素具有降低血压、提高机体免疫力、改善心肌缺血症状、增加脑血流量^[1]等作用。因此准确测定麻藤止眩散中天麻素的含量可以有效控制产品质量及药效。

通过查阅文献^[2-5],关于采用高效液相色谱法测定天麻素含量的色谱系统有甲醇-水、乙腈-水等多个系统,经过试验选用乙腈-磷酸水系统可以达到很好分离;而且用伊利特、安捷伦、迪马色谱柱都可以达到较好分离效果。

天麻素为水溶性小分子,易溶于水及极性溶剂

马兜铃酸 A 在中药饮片及其配方颗粒中的含量分析

黄国鑫,倪晨,李一圣,易宇阳,张仲敏,赵学军,苏子仁*
(广州中医药大学中药学院,广州 510006)

[摘要] 目的:对 5 种马兜铃科中药饮片及配方颗粒(由相应批次的中药饮片制成)所含马兜铃酸 A 进行含量测定。方法:采用高效液相色谱法,YMC-Pack C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm,5 μm),流动相甲醇(A)-0.05% 磷酸溶液(B),检测波长 250 nm,流速 0.8 mL·min⁻¹,柱温 30 ℃。结果:5 种马兜铃科中药饮片(各 3 批)中马兜铃酸 A 平均质量分数分别为关木通 4.18 mg·g⁻¹,马兜铃 0.77 mg·g⁻¹,蜜马兜铃 0.46 mg·g⁻¹,青木香 0.86 mg·g⁻¹,寻骨风 0.53 mg·g⁻¹;5 种中药配方颗粒(n=3)马兜铃酸 A 平均质量分数分别为关木通 1.16 mg·g⁻¹,马兜铃 0.31 mg·g⁻¹,蜜马兜铃 0.10 mg·g⁻¹,青木香 0.39 mg·g⁻¹,寻骨风 0.03 mg·g⁻¹。结论:建立的方法对多种含马兜铃酸 A 药材与配方颗粒具有较好的适应性,可以用于其含量测定;中药配方颗粒的制作工艺对中药饮片的成分有一定影响,有必要建立相关生产监控标准、质量控制标准,用来保证中药配方颗粒的质量。

[关键词] 马兜铃酸 A; 中药饮片; 中药配方颗粒

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)14-0075-04

[收稿日期] 20101222(003)

[第一作者] 黄国鑫,研究生,从事中药新药开发与研究,Tel:020-39356860,E-mail:hgvxin@gmail.com

[通讯作者] * 苏子仁,研究员,从事中药新药开发与研究,Tel:020-39358517,E-mail: vip.suziren@gzhtcm.edu.cn

表 1 天麻素加样回收率测定

No.	取样量/g	样品中含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	RSD/%
1	0.500 2	0.329 9	0.301 2	0.623	98.6	1.01
2	0.500 5	0.330 1	0.301 2	0.621	98.3	
3	0.500 9	0.330 3	0.301 2	0.618	98.0	
4	0.500 4	0.330 0	0.301 2	0.612	97.0	
5	0.499 6	0.329 5	0.301 2	0.614	97.2	
6	0.499 8	0.329 6	0.301 2	0.631	99.7	

中,但因天麻素易水解,且水提取液杂质峰较多,干扰分离,本方法选用了稀乙醇作为提取溶剂较好的解决了这个问题。文献采用的提取方法有回流提取法、超声提取法等方法,本散剂经过超微粉碎,有效成分容易提取,采用超声提取的办法可以缩短供试品溶液制备时间,有利于提高工作效率,而且提取比较完全。

[参考文献]

[1] 何晶. 天麻素的药理作用及临床应用[J]. 天津药学,

2006,18(5):62.

[2] 中国药典. 一部[S]. 2010.

[3] 周跃华,孟大利. 日本药局方汉方药制剂质量标准简介及思考[J]. 中国中药杂志,2009,19(34):2547.

[4] 张萍. 高效液相色谱法测定天麻胶囊中天麻素的含量[J]. 药物分析杂志,2010,30(1):152.

[5] 伍振峰,何伟,马建春. 天麻中天麻素含量测定方法改进的研究[J]. 中成药,2009,31(6):966.

[责任编辑 蔡仲德]