

# HPLC 测定青海野生和栽培藏药独一味中山梔苷甲酯

金兰, 罗桂花

(青海师范大学生地学院, 西宁 810008)

[摘要] 目的:对野生和栽培藏药独一味中山梔苷甲酯成分进行高效液相色谱的含量测定。方法:采用色谱柱 Welchrom™ Kromasil C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相为乙腈(A)-水(B)梯度洗脱(0~11 min,9% A;11~35 min,9%~18% A;35~45 min,18% A),流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 235 nm,柱温为 25℃。结果:山梔苷甲酯的线性范围 0.25~2.12 mg (r=0.999 8);平均回收率为 100.7%,RSD 为 0.89%。结论:野生和栽培独一味的山梔苷甲酯的含量分别为 1.81,0.75 mg·g<sup>-1</sup>。

[关键词] 高效液相色谱;独一味;山梔苷甲酯;野生;栽培

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)14-0071-03

## Simultaneous Determination of Shanzhiside Methylester by HPLC in Wild and Cultivated *Lamiophlomis rotata* of Qinghai

JIN Lan, LUO Gui-hua

(College of Biology and Geography Science, Qinghai Normal University, Xining 810008, China)

[Abstract] **Objective:** To determinate the content of shanzhiside methylester in wild and cultivated *Lamiophlomis rotata* by HPLC. **Method:** The samples were separated on an Welchrom™ Kromasil C<sub>18</sub>(4.60 mm×250 mm,5 μm) with acetonitrile(A)-water(B)(0-11 min,9% A;11-35 min,9%-18% A;35-45 min,18% A) colnmu as the mobile phase at a flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup>. The effluent was monitored at 235 nm and column temperature at 30℃. **Result:** The linear ranges of shanzhiside methylester was 0.25-2.12 mg·g<sup>-1</sup>(r=0.999 8). The average recoverigs were 100.7%. **Conclusion:** The contents of shanzhiside methylester in wild and cultivated *Lamiophlomis rotata* was 1.81, 0.75 mg·g<sup>-1</sup>.

[Key words] HPLC; *Lamiophlomis rotata*; shanzhiside methylester; wild; cultivated

独一味 *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo<sup>[1]</sup> 为唇形科独一味属植物,多年生草本,其根及根茎或全草入药,生长于海拔3 000 m 以上的高山草甸、河滩,主要分布于西藏、青海等省,为藏族和蒙古族等民间传统常用草药,具有消炎止痛、活血化淤等功效,用于治疗跌打损伤、筋骨疼痛、骨质松炎等症<sup>[2-3]</sup>,主要含有黄酮类<sup>[5]</sup>、环烯醚萜类<sup>[5]</sup>成分。

独一味作为藏药,资源贫乏,由于对生长环境的

特殊要求,其人工栽培尚处于起步阶段,本研究通过对课题组在青海省大通县人工种植三年的独一味和野生独一味中山梔苷甲酯含量的测定,旨在为独一味人工栽培提供初步的理论依据。

### 1 材料

**1.1 仪器** 高效液相色谱工作站(津岛-CBM20A);微量进样器;WSD 超纯水装置;RE-52AA 型旋转蒸发仪;1/万电子天平(Mettler,瑞士)。

**1.2 试剂** 山梔苷甲酯对照品(批号 644421289,纯度≥98%)、甲醇、磷酸、乙腈、均为成都市科龙试剂有限公司提供,色谱纯,水为超纯水。

**1.3 药材** 野生独一味药材于 2009 年 8 月底采自青海省玉树州玉树县,为全株;栽培独一味药材同期采青海省大通县栽培基地,为人工栽培 3 年的全株;上

[收稿日期] 2011-02-25

[基金项目] 青海省重点科技攻关项目(2007-J-Q47)

[第一作者] 金兰,硕士,副教授,从事植物生理及中藏药生理研究, Tel: 13997141126, E-mail: 958941968@qq.com

述样品由由青海师范大学生地学院李建民教授鉴定为 *L. rotata*。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件与系统适用性实验** 色谱柱为 Welchrom™ Kromasil C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈(A)-水(B)梯度洗脱(0 ~ 11 min, 9% A; 11 ~ 35 min, 9% ~ 18% A; 35 ~ 45 min, 18% A, 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 235 nm, 柱温为 25 °C, 见图 1 ~ 3。

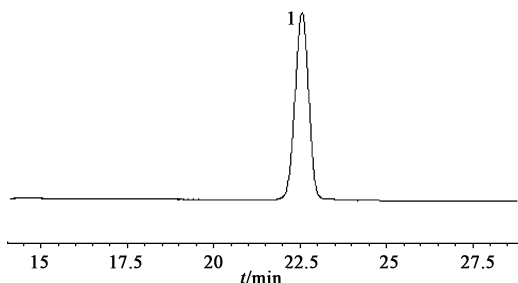
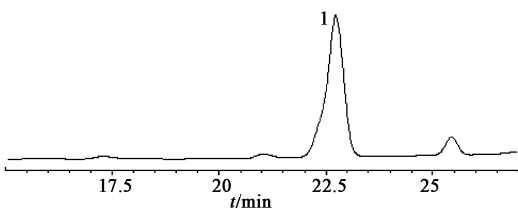
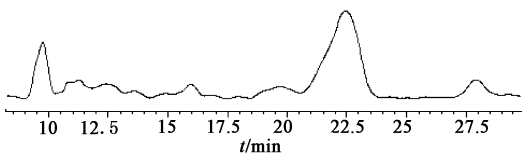


图 1 山梔苷甲酯(1)对照品



1. 山梔苷甲酯

图 2 栽培山独一味样品



1. 山梔苷甲酯

图 3 野生栽培独一味

**2.2 对照品溶液的制备** 取山梔苷甲酯对照品适量,加甲醇制成 30 mg·L<sup>-1</sup>的对照品混合溶液。

**2.3 供试品溶液的制备及样品测定** 分别将野生和栽培的独一味样品置于样品阴干,粉碎机中粉碎成细粉,精密称取 2.02 g,置具塞锥形瓶中,加 70% 的甲醇 25 mL,浸泡 12 h,加热回流 2 h,放冷,称定质量,再以 70% 甲醇补足减失的质量,抽虑,精密取滤液 2 mL,放入 10 mL 的量瓶中,加甲醇至刻度,以微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

**2.4 线性范围** 按一定梯度精密吸取对照品溶液,经 0.45 μm 过滤器过滤后,按色谱条件进行测定。

以进样量(*X*)为横坐标,峰面积(*Y*)为纵坐标,进行线性回归,得标准曲线  $Y = 3 \times 10^7 X + 238\ 357$  ( $r = 0.999\ 8$ ),结果表明山梔苷甲酯在 0.25 ~ 2.12 mg·g<sup>-1</sup>呈良好的线性关系。

**2.5 精密度试验** 精密吸取供试品溶液 20 μL,重复进样 5 次,测定山梔苷甲酯峰面积值,结果 RSD 0.77%。表明仪器精密度较好。

**2.6 稳定性试验** 精密吸取供试品溶液,在 0, 1, 2, 4, 8, 12, 24 h, 分别进样 20 μL, 测定, 记录山梔苷甲酯峰面积, 结果表明, 7 次进样峰面积值的 RSD 0.91%。说明供试品溶液的峰面积值在 24 h 内基本无变化, 稳定性良好。

**2.7 重复性试验** 取同一批供试品, 精密称取 6 份, 按样品含量测定方法提取、测定、计算, RSD 为 0.99%。

**2.8 加样回收率试验** 取同批山梔苷甲酯质量分数为 0.75 mg·g<sup>-1</sup> 的供试品, 剪碎, 精密称取 6 份, 分别精密加入不同量的山梔苷甲酯对照品溶液, 均按照供试品测定方法操作, 计算, 平均回收率为 100.7%, RSD 为 0.89%。

**2.9 含量测定** 分别精密吸取 2.2, 2.3 项下溶液 20 μL, 注入液相色谱仪, 按色谱条件进行测定, 野生和栽培独一味中山梔苷甲酯的平均含量分别为 1.81, 0.75 mg·g<sup>-1</sup>。

## 3 讨论

2010 年版的《中国药典》将独一味原标准中测定木犀草素成分改为测定“山梔苷甲酯”和“8-*O*-乙酰山梔苷甲酯”, 并规定为独一味所特有的专属有效成分<sup>[7]</sup>。结果显示, 野生品种的平均质量分数为 1.81 mg·g<sup>-1</sup>, 栽培品种平均质量分数为 0.75 mg·g<sup>-1</sup>, 表明野生和栽培独一味中山梔苷甲酯成分分布基本一致。因此, 采用人工引种栽培独一味的方法, 不仅可以解决野生独一味资源的供给问题, 也可为栽培品的广泛应用提供可靠的科学依据。

## [参考文献]

[1] 中国科学院四川分院中医中药研究所. 四川中药志[M]. 成都: 四川人民出版社, 1961: 1127.  
[2] 青海省生物研究所. 青藏高原植物图鉴. 第 1 册[M]. 西宁: 青海人民出版社, 1972: 100.  
[3] 梁重栋. 藏药独一味的基础与临床研究[J]. 兰州医学院学报, 1987, 13(2): 4749.  
[4] 张兆琳, 张承忠, 李冲, 等. 藏药独一味中黄酮类化合物

# 麻藤止眩散中天麻素的含量测定方法研究

冀小君<sup>1,2</sup>, 赵思俊<sup>2,3</sup>, 张福生<sup>2</sup>, 秦雪梅<sup>2\*</sup>

(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 C<sub>18</sub> 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<sup>-1</sup>。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<sup>1,2</sup>, Zhao Si-jun<sup>2,3</sup>, Zhang Fu-sheng<sup>2</sup>, Qin Xue-mei<sup>2\*</sup>

(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 C<sub>18</sub> 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<sup>-1</sup>. **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]