

广西产山豆根 HPLC 指纹图谱测定

黄颖¹, 王乃平², 陈勇^{2*}

(1. 广西中医学院赛恩斯新医药学院, 南宁 530222; 2. 广西中医学院, 南宁 530001)

[摘要] 目的: 建立广西主产山豆根药材的 HPLC 指纹图谱。方法: 以氧化苦参碱为参照物, 采用 C₁₈ 色谱柱, 以甲醇-水 (0.2% 磷酸 + 0.32% 三乙胺) 为流动相, 梯度洗脱, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 柱温 25 °C, 检测波长 24 min 后由 220 nm 转换到 280 nm。结果: 其重复性、精密度均符合《中药注射剂指纹图谱研究的技术要求 (暂行)》中的有关规定。结论: 本实验结果为广豆根药材的质量控制提供了参考。

[关键词] 山豆根; 高效液相色谱; 指纹图谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)14-0066-03

Study on HPLC Fingerprint of *Sophora tonkinensis* from Guangxi Zhuang Autonomous Region

HUANG Ying¹, WANG Nai-ping², CHEN Yong^{2*}

(1. Faculty of Chinese Medical Science Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning 530222, China;
2. Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning 530001, China)

[Abstract] **Objective:** RP-HPLC fingerprint of *Sophora tonkinensis* grown in Guangxi Zhuang autonomous region was established. **Method:** A gradient separated method was applied on C₁₈ column at 25 °C with methanol-water as mobile phase. Reference material was oxymatrine. Flow rate was 1.0 mL·min⁻¹; detection wavelength was set up at 220 nm and changed to 280 nm after 24 min. **Result:** The results showed that this method had a good repeatability and precision. **Conclusion:** This result can provide scientific data for analyzing the quality control of *Sophora tonkinensis*.

[Key words] *Sophora tonkinensis*; HPLC; fingerprint

山豆根是广西的大宗药材商品, 主要分布在广西的百色地区, 为豆科植物越南槐 *Sophora tonkinensis* Gagnep. 的干燥根及根茎^[1], 又名广豆根, 具有泻火解毒、利咽消肿、止痛杀虫的功效。山豆根内含有多种生物碱, 其中以苦参碱 (matrine)、氧化苦参碱 (oxymatrine) 为主, 属于喹诺里西啶

(quinolizidine) 类生物碱, 为山豆根中主要活性成分^[2]。

中药的疗效是多种活性成分共同作用的结果, 单一成分难以全面衡量中药及其制剂的质量和疗效, 按照文献^[3-5]方法, 本文首次采用 HPLC 对广西 10 个不同产地的山豆根药材进行指纹图谱研究, 为药材质量评价和科学化与标准化提供参考。

1 材料

1.1 试药 山豆根药材采自广西靖西、田阳、德保、凌云、乐业、凤山、西林、那坡、田东、隆林 10 个县, 由广西中医学院刘寿养副教授鉴别为豆科植物越南槐 *S. tonkinensis* Gagnep. 的干燥根及根茎。氧化苦参碱对照品 (供含量测定用, 批号 0780-200504, 由中国药品生物制品检定所提供)。

[收稿日期] 20110228(006)

[基金项目] 广西科技攻关项目 (桂科能 0815005-1-9)

[第一作者] 黄颖, 硕士, 从事中药材及其制剂质量控制研究, Tel: 0771-4736166, E-mail: huangying9160@qq.com

[通讯作者] * 陈勇, 教授, 硕导, 从事中药质量控制研究, Tel: 0771-2948376, E-mail: cy6381@163.com

1.2 仪器与试剂 Agilent 1100 高效液相色谱仪、津腾 0.45 μm 微孔滤膜、甲醇(色谱纯),水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为 Phenomenex Gemini C₁₈ (4.60 mm \times 250 mm, 5 μm) + Phenomenex 预柱;流动相为甲醇(A)-水(0.2% 磷酸 + 0.32% 三乙胺)(B),在 75 min 内 A 由 3% 变化到 100%, B 由 97% 变化到 0%;流速为 1 mL \cdot min⁻¹;柱温 25 $^{\circ}\text{C}$;检测波长 24 min 后由 220 nm 转换到 280 nm;进样量 5 μL ;理论塔板数以氧化苦参碱峰计应不低于 2 000。

2.2 供试品溶液的制备 取山豆根药材粗粉约 0.5 g,精密称定,加入无水乙醇-氨水(3:2)1 mL,放置 0.5 h 后加入氯仿 25 mL,约 70 $^{\circ}\text{C}$ 回流提取 2 h,冷却,滤过,挥干溶剂,残渣用甲醇适量溶解,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤至 10 mL 量瓶,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3 参照物溶液的配制 取氧化苦参碱对照品适量,精密称量,置 5 mL 量瓶,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

2.4 方法学考察

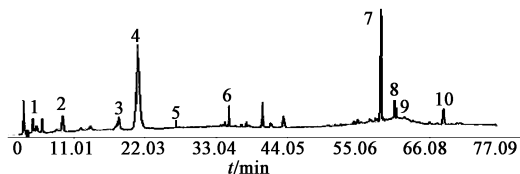
2.4.1 精密度试验 取编号 1 样品制备成供试品溶液,连续进样 6 次,记录指纹图谱。测得各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积 RSD < 3%。表明仪

器的精密度良好。

2.4.2 重复性试验 取编号 1 样品共 6 份,制备成供试品溶液,分别进样。测得各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积 RSD < 5%。表明其重复性较好。

2.4.3 稳定性试验 取编号 1 样品制备成供试品溶液,分别在 12 h 内不同时间段进样,检测指纹图谱,测得各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积 RSD 均 < 3%。表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.4.4 指纹图谱与共有峰的确定 通过比较 10 个批次山豆根供试品的指纹图谱,确定比较稳定的共有峰为 10 个。见图 1, 2 和表 1。



4. 号峰为氧化苦参碱

图 1 山豆根药材 HPLC 共有峰色谱图

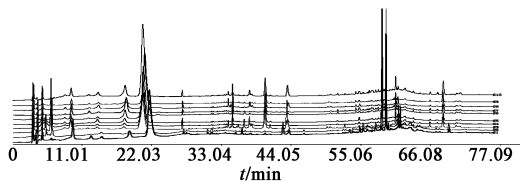


图 2 山豆根药材与对照图谱叠加图

表 1 10 批山豆根药材共有峰相对保留时间/相对峰面积

峰号	药材编号									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0.23/0.04	0.23/0.13	0.23/0.12	0.23/0.10	0.23/0.03	0.23/0.05	0.23/0.07	0.23/0.05	0.22/0.10	0.22/0.08
2	0.45/0.05	0.45/0.15	0.45/0.07	0.45/0.05	0.45/0.04	0.45/0.06	0.45/0.04	0.45/0.05	0.44/0.09	0.44/0.20
3	0.87/0.05	0.86/0.15	0.86/0.06	0.86/0.09	0.86/0.14	0.86/0.20	0.86/0.17	0.86/0.09	0.86/0.07	0.86/0.12
4(S)	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00	1.00/1.00
5	1.30/0.02	1.31/0.03	1.30/0.03	1.30/0.02	1.30/0.01	1.29/0.01	1.29/0.02	1.29/0.01	1.25/0.02	1.25/0.02
6	1.69/0.03	1.69/0.06	1.68/0.04	1.68/0.06	1.68/0.05	1.67/0.09	1.66/0.08	1.66/0.04	1.68/0.04	1.67/0.03
7	2.83/0.25	2.84/0.30	2.83/0.35	2.82/0.28	2.82/0.19	2.79/0.21	2.79/0.15	2.79/0.20	2.73/0.89	2.72/0.46
8	2.94/0.03	2.94/0.05	2.93/0.05	2.93/0.04	2.92/0.04	2.90/0.04	2.89/0.02	2.89/0.03	2.82/0.16	2.81/0.06
9	2.95/0.01	2.96/0.03	2.95/0.03	2.94/0.03	2.94/0.02	2.91/0.01	2.91/0.01	2.91/0.02	2.83/0.14	2.82/0.07
10	3.30/0.06	3.30/0.09	3.29/0.09	3.29/0.06	3.28/0.05	3.26/0.07	3.25/0.04	3.25/0.07	3.18/0.07	3.18/0.03

2.4.5 山豆根药材指纹图谱相似度评价 取各样品中 10 个色谱峰峰面积的平均值作为共有模式,以相关系数作为测定指标,采用国家食品药品监督管理局推荐的《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004A 版)》计算处理,计算样品与共有模式之间的相似度,以判断样品的质量。山豆根的相似度 $S_1 \sim S_{10}$ 分别是靖西 0.949,田阳 0.826,德保 0.903,凌云 0.930,乐业 0.972,凤山 0.996,西林 0.990,那坡 0.990,田东 0.998,隆林 0.997。平均值为 0.955,表明所建立的指

纹图谱的技术指标较稳定,重复性较好。

3 讨论

本文曾参考文献^[6]使用甲醇-水-三乙胺(45:55:0.02)等度洗脱为流动相,发现所得的峰信息不多且分离度不符合规定,选用本文的流动相系统梯度洗脱后,峰信息增多且分离度良好。

山豆根中的主要有效成分为生物碱,生物碱色谱峰易拖尾,实验中发现加大磷酸和三乙胺的浓度可以使峰形减少拖尾,但是随着加入浓度的升高对

DOI:CNKI:11-3495/R. 20110524. 1336. 007

江香薷醇提物石油醚部位化学成分分析

刘华¹, 李桂生², 罗永明^{1*}, 陈钟文¹, 刘文琴¹

(1. 江西中医学院药学院, 南昌 330004; 2. 江西省分析测试研究所, 南昌 330029)

[摘要] 目的:研究江香薷醇提物石油醚部位的化学成分。方法:采用 GC-MS 联分析和鉴定化学成分。结果:在最佳分析条件下,经毛细管色谱分离、气相质谱分析工作站 WILEY/NBS 库, NIST02 质谱数据库检索,并参照有关文献,共分离出 50 个峰,鉴定了 38 个化学成分。含量较高的化合物为百里香酚(18.31%), 3,13-十八碳二烯-1-醇(10.26%), 香荆芥酚(8.60%) 等。结论:利用 GC-MS 分析鉴定江香薷脂溶性成分,具有快速、稳定、重复性好的特点,可用于江香薷药材成分的分析鉴定。

[关键词] 江香薷;化学成分;气相色谱-质谱联用

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)14-0068-03

Chemical Constituents of Petroleum Spirit Part of *Mosla chinensis* 'Jiangxiangru'

LIU Hua¹, LI Gui-sheng², LUO Yong-ming^{1*}, CHEN Zhong-wen¹, LIU Wen-qin¹

(1. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China;

2. Jiangxi Province Research Institute of Analysis & Test, Nanchang 330029, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate the chemical constituents of petroleum spirit part of *Mosla chinensis*

[收稿日期] 2011-03-17

[基金项目] 江西省卫生厅重点课题(2008ZZ0010)

[第一作者] 刘华, 博士, 副教授, 研究方向:中药的有效成分研究, E-mail: winner616@163.com

[通讯作者] * 罗永明, 博士, 教授, 研究方向:天然产物的活性成分研究, E-mail: loym@tom.com

[网络出版时间] 2011-05-24 13:36

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20110524.1336.007.html>

仪器和色谱柱的损害也增大,因此,本文在峰形良好的情况下尽可能的选择低浓度的磷酸和三乙胺。

用 DAD 紫外检测器对山豆根提取物进行了全波长扫描,经分析研究,选定前 24 min 检测波长为 220 nm, 24 min 后检测波长为 280 nm。

通过研究建立了广西 10 个产地的山豆根药材的 HPLC 指纹图谱,得到指纹图谱各色谱峰分离度较好,基线平稳,色谱信息较为丰富,而且色谱峰分布均匀,参照峰氧化苦参碱(保留时间 20 min 左右)与其他色谱峰分离度良好。各主要色谱峰相对保留时间基本一致,符合指纹图谱的要求。平均相似度为 0.955,其中田阳产的山豆根相似度最低,为 0.826,可能产地不同其所含成分以及所含成分的含量会有一定的差异。本实验方法稳定可靠,可为有

效控制山豆根药材的质量提供科学参考。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2010:25
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草[M].上海:上海科学技术出版社,1999,3394.
- [3] 谢培山.中药制剂色谱指纹图谱(图像)鉴别[J].中成药,2000,22(6):391.
- [4] 谢培山.色谱指纹图谱分析是中草药质量控制的可行策略[J].中药新药与临床药理,2001,5(12):141.
- [5] 谢培山.中药色谱指纹图谱鉴别的概念属性技术与应用[J].中国中药杂志,2001,10(26):653.
- [6] 黄亚非,黄际薇,陶玲,等.广西不同产地山豆根的指纹图谱特征研究[J].中药材,2005,28(1):21.

[责任编辑 蔡仲德]