

岩陀药材质量标准研究

王燕¹, 鲍家科^{2*}, 金杨³, 罗曼², 熊慧林², 王其勇²

(1. 大理学院药学院, 云南大理 671000; 2. 贵州省药品检验所, 贵阳 550004;
3. 大理州中医医院, 云南大理 671000)

[摘要] 目的: 修订提高岩陀药材的质量标准。方法: 收集 20 批岩陀药材, 以岩陀中主要成分岩白菜素为指标, 分别采用 TLC 和 HPLC 进行定性鉴别和含量测定研究, 其余检查项目参照中国药典方法进行检测。结果: 对岩陀的水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物、薄层色谱鉴别、岩白菜素含量等质量标准项目进行了全面的系统研究和归纳。结论: 实验研究可作为岩陀药材质量标准的修订内容。

[关键词] 岩陀; 质量标准; 岩白菜素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)10-0085-04

Studies on the Quality Standard of Rodgersiae Rhizoma

WANG Yan¹, BAO Jia-ke^{2*}, JIN Yang³, LUO Man², XIONG Hui-lin², WANG Qi-yong²

(1. College of Pharmacy, Dali University, Dali 671000, China;

2. Guizhou Province Institute for Drug Control, Guiyang 550004, China;

3. Chinese Medicine Hospital of Dali Prefecture, Dali 671000, China)

[Abstract] **Objective:** To revise and improve the quality standard of Rodgersiae Rhizoma. **Method:** Twenty batches of Rodgersiae Rhizoma were collected. TLC was used to identify bergenin and the content of bergenin was determined by HPLC. The rest inspection items were detected according to Chinese Pharmacopoeia. **Result:** The quality standard was studied systematically on specific items, such as the moisture, the ashes, the acid-insoluble ashes, the ethanol-soluble extracts, the TLC diagnosis and the content of bergenin. **Conclusion:** The study can be used for the emendatory content to the quality standard of Rodgersiae Rhizoma.

[Key words] Rodgersiae Rhizoma; quality standard; bergenin

岩陀药材为虎耳草科植物西南鬼灯檠 *Rodgersia sambucifolia*. 或羽叶鬼灯檠 *R. pinnata* Heinsl 的干燥根茎。原植物主产于云南、贵州、四川。本品具有收敛、消炎、祛风除湿的功效, 对菌痢、肠炎、感冒头痛、外伤出血、风湿骨痛、老年性支气管炎等常见疾病有较好的疗效^[1], 目前对岩陀药材的质量控制仅见于

《贵州省中药材、民族药材质量标准》2003 年版, 现行标准中只有简单的外观性状描述^[2], 可控性差。鉴于上述原因, 本文对产于云南、贵州的不同采收季节共 20 批药材进行了水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物等检查项的测定, 并以岩白菜素为指标性成分进行定性鉴别和含量测定, 建立了岩陀的质量标准, 为岩陀药材质量控制提供了依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器 LC-20AD 型 HPLC 系统(日本岛津公司, 包括 CTO-20AC 柱温箱、CBM-20A 系统控制器、SPD-M20A 二极管阵列检测器、LC solution 工作站); KQ-500DB 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); XS205 型梅特勒电子天平(上海亚荣生

[收稿日期] 20101225(004)

[基金项目] 贵州省中药现代化科技产业研究开发专项项目 ([2008]5002)

[第一作者] 王燕, 实验师, 从事中药质量标准研究, Tel: 0872-2257415, E-mail: jessica9428@sina.com

[通讯作者] * 鲍家科, 主任药师, 研究方向: 药物分析, Tel: 0851-6807968, E-mail: hjk2005@163.com

化仪器厂);中药材粉碎机(浙江温岭市林大机械有限公司);薄层硅胶预制板(青岛海洋化工厂)。

1.2 试药 岩白菜素对照品(批号 1532-200202)购自中国药品生物制品检定所;乙腈为色谱纯(美国

Tidea 公司);水为重蒸水;其他试剂均为分析纯;实验所用岩陀药材均由贵阳中医学院鉴定为虎耳草科植物西南鬼灯擎 *R. sambucifolia* 或羽叶鬼灯擎 *R. pinnata* 的干燥根茎,药材信息见表 1。

表 1 药材信息

No.	产地	采收时间	种属	No.	产地	采收时间	种属
1	贵州水城	2007 年 9 月	西南鬼灯擎	11	云南大理	2010 年 6 月	羽叶鬼灯擎
2	贵州兴义	2007 年 7 月	西南鬼灯擎	12	云南剑川	2010 年 6 月	羽叶鬼灯擎
3	贵州威宁	2008 年 7 月	西南鬼灯擎	13	云南鹤庆	2010 年 6 月	羽叶鬼灯擎
4	贵州水城	2008 年 7 月	西南鬼灯擎	14	云南丽江	2010 年 6 月	羽叶鬼灯擎
5	贵州水城	2010 年 6 月	西南鬼灯擎	15	山西	2010 年 6 月	羽叶鬼灯擎
6	云南昆明	2007 年 8 月	西南鬼灯擎	16	贵州贵阳	2010 年 9 月	羽叶鬼灯擎
7	云南宣威	2007 年 8 月	西南鬼灯擎	17	贵州水城	2010 年 9 月	羽叶鬼灯擎
8	云南大理	2010 年 6 月	西南鬼灯擎	18	云南昆明	2010 年 9 月	羽叶鬼灯擎
9	云南剑川	2010 年 6 月	西南鬼灯擎	19	贵州威宁	2010 年 9 月	羽叶鬼灯擎
10	云南鹤庆	2010 年 6 月	西南鬼灯擎	20	贵州水城	2010 年 9 月	羽叶鬼灯擎

2 方法与结果

2.1 性状 呈圆柱形或扁圆柱形,长 8~20 cm,直径 1.5~6 cm。表面褐色,常有纵皱纹,上侧有数个黄褐色茎痕,一端有残留叶基和黑褐色苞片及棕色长绒毛,下侧有残存须根及根痕。质硬,不易折断,断面黄白色或粉红色,有纤维状突起及多数白色闪亮小点。气微,味涩、苦。

2.2 薄层色谱鉴别 取各批的岩陀粉末(过三号筛)0.2 g,置具塞锥形瓶中,加入甲醇 20 mL,超声处理 15 min,取出,放冷,滤过,滤液作为供试品溶液。另取岩白菜素对照品,加甲醇制成 1 g·L⁻¹的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(2010 年版《中国药典》一部附录 VI B)试验,吸取对照品和供试品溶液各 3 μL,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲酸(4:5:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1% 三氯化铁和 1% 铁氰化钾混合溶液(1:1),放置至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,薄层鉴别结果见图 1。

2.3 水分 按《中国药典》(2010 年版)一部附录烘干法^[3]测定水分。根据 20 批样品测定结果分析,测定结果最高值为 12.01%,平均值为 10.65%。故暂定水分检查限度不得超过 13.0%。

2.4 总灰分 按《中国药典》(2010 年版)一部附录^[3]测定总灰分。根据 20 批样品测定结果分析,测定结果最高值为 6.14%,平均值为 4.42%。故暂定

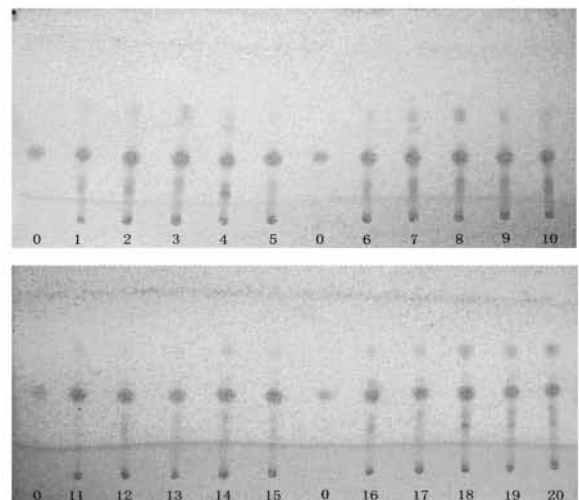


图 1 岩陀的 TLC 色谱

0. 岩白菜素对照品;1~20. 各批岩陀样品

总灰分检查限度不得超过 7.0%。

2.5 酸不溶性灰分 按《中国药典》(2010 年版)一部附录^[3]测定酸不溶性灰分。根据 20 批样品测定结果分析,测定结果最高值为 0.58%,平均值为 0.30%。故暂定酸不溶性灰分检查限度不得超过 0.60%。

2.6 浸出物 按《中国药典》(2010 年版)一部醇溶性浸出物测定法(附录 X A)项下的热浸法测定,用稀乙醇为溶剂。根据 20 批样品测定结果分析,测定结果最高值为 41.15%,平均值为 26.00%。故暂定酸不溶性灰分检查限度不得低于 22.0%。

2.7 含量测定

2.7.1 色谱条件 色谱柱 Waters C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液 (10:90), 检测波长 272 nm, 柱温 30 ℃, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 进样量 10 μL。理论板数按岩白菜素峰计不低于 4 000。对照品及样品色谱图见图 2。

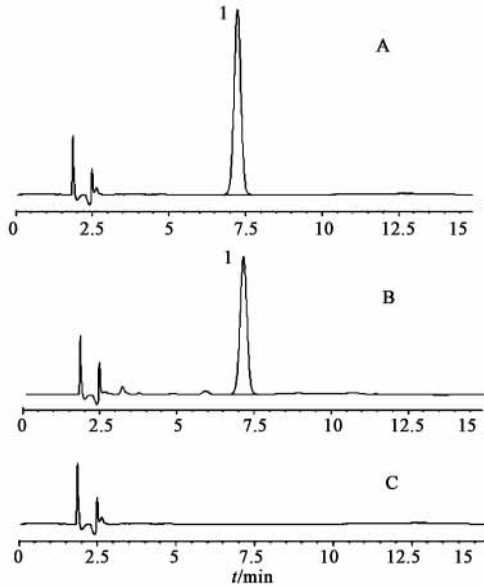


图 2 岩陀 HPLC 图谱

A. 对照品; B. 样品; C. 空白; 1. 岩白菜素

2.7.2 对照品溶液的制备 精密称定干燥至恒重的岩白菜素对照品 5.77 mg 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 再精密吸取该溶液 3 mL 至 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 得质量浓度为 0.069 24 g·L⁻¹ 的对照品溶液。

2.7.3 供试品溶液的制备 取各批的岩陀粉末(过三号筛)约 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.7.4 线性关系考察 分别精密吸取岩白菜素对照品溶液(0.069 24 g·L⁻¹) 4, 6, 8, 10, 12, 14 μL 进样, 按上述色谱条件测定色谱峰面积, 以岩白菜素的进样量为横坐标, 色谱峰面积积分为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 1\,146\,515.43X + 2\,078.94$ ($r = 0.999\,9$), 表明岩白菜素在 0.276 96 ~ 0.969 36 μg 与峰面积成良好的线性关系。

2.7.5 精密度试验 分别精密吸取岩白菜素对照

品溶液(0.069 24 g·L⁻¹) 10 μL, 连续进样 6 次测定, 色谱峰面积积分值的 RSD 0.50%, 表明仪器精密良好。

2.7.6 稳定性试验 取岩陀 15 号样品 0.2 g, 精密称定, 按 2.7.3 项下方法制备供试品溶液, 分别于 0, 4, 8, 12, 18, 24 h 进样测定, 色谱峰面积积分值的 RSD 0.92%, 表明供试品溶液在 24 h 内具有良好的稳定性。

2.7.7 重复性试验 精密称定岩陀 15 号样品 6 份, 按 2.7.3 项下方法制备供试品溶液, 分别进样测定, 按干燥品计算岩白菜素含量, 其 RSD 1.44%, 表明该方法的重复性良好。

2.7.8 加样回收率试验 精密称定已知岩白菜素含量(65.67 mg·g⁻¹) 的岩陀 15 号样品各 6 份, 等量加入岩白菜素对照品, 按 2.7.3 项下方法制备供试品溶液, 分别进样测定, 计算回收率。岩白菜素的平均回收率为 97.98%。RSD 1.99%。结果见表 2。

表 2 岩白菜素加样回收率试验

取样量 /g	样品 含量 /mg	加入量 /mg	测定值 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.100 2	6.580 1	6.601	13.229 3	100.73		
0.108 2	7.105 5	6.601	13.457 6	96.22		
0.101 4	6.659 0	6.601	13.121 9	97.90	97.98	1.99
0.101 8	6.685 2	6.601	13.279 8	96.87		
0.101 0	6.632 7	6.601	12.979 6	96.15		
0.103 3	6.783 7	6.601	13.380 9	99.94		

2.7.9 耐用性试验 分别采用 3 支不同品牌的 C₁₈ 色谱柱 Alltima(4.6 mm × 200 mm, 5 μm)、Diamonsil(4.6 mm × 200 mm, 5 μm)、依利特(4.6 mm × 200 mm, 5 μm) 对同一岩陀 15 号样品进行测定, 岩白菜素含量平均值为 6.53%, RSD 2.23%。表明该方法的耐用性良好。

2.7.10 样品测定 取上述 20 批岩陀药材, 按 2.7.3 项下方法制备供试品溶液, 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10 μL, 进样测定, 以干燥品计算样品中岩白菜素含量, 每批药材各平行操作 3 份, 结果见表 3。根据 20 批样品测定结果分析, 测定结果最高值为 7.59%, 平均值为 5.86%。故暂定岩白菜素含量不得低于 4.0%。

表 3 岩陀中 2 种成分含量测定 %

No.	岩白菜素	RSD	No.	岩白菜素	RSD
1	6.42	1.35	11	3.97	1.98
2	7.34	1.21	12	4.46	2.76
3	6.35	2.44	13	7.21	2.42
4	6.20	1.57	14	4.11	2.79
5	5.54	1.99	15	6.48	2.07
6	6.29	1.89	16	4.79	1.37
7	6.16	2.35	17	3.58	2.48
8	5.77	2.10	18	7.55	2.86
9	5.79	1.05	19	5.40	1.84
10	7.59	1.77	20	6.14	1.73

3 讨论

岩陀化学成分研究表明^[4],主要含多酚类、糖类成分,其中多酚类中岩白菜素含量最高,且岩白菜素的活性与岩陀功效相近^[5],因此选用岩白菜素作为指标性成分进行定性鉴别和含量测定。

分别考察了常温条件(25℃)和低温条件(4℃)的自制板和预制板、高湿条件(70%)和低湿条件(30%)的自制板和预制板的 TLC 鉴别。在上述条件下各板的斑点分离度大,显色清晰,重复性好,均能获得满意结果。

本实验曾比较过文献报道过的多种流动相甲醇-水,甲醇-醋酸-水,甲醇-磷酸等系统^[6-8],未达到满意的分离效果。经过反复多次试验,结果表明用乙腈-磷酸作为流动相时,岩白菜素的峰形、理论板

数及对称度都较好,故选乙腈-磷酸为流动相。

综上所述,本实验建立岩陀药材的检查、鉴别、含量测定等内容,为更好地完善岩陀质量标准提供科学依据^[9]。

[参考文献]

- [1] 史彦斌,胡振英,董鹏程,等. 中草药鬼灯檠的现代研究进展[J]. 时珍国医国药,2004,15(9):23.
- [2] 贵州省药监局. 贵州省中药材、民族药材质量标准[S]. 贵阳:贵州科技出版社,2003.
- [3] 中国药典. 一部[S]. 2010:附录 52.
- [4] 胡凤莲,刘宏. 中药材鬼灯檠的研究现状[J]. 陕西农业科学,2008,3:144.
- [5] 张小燕,李多伟,王义潮,等. 鬼灯檠的资源分布、药用价值及开发利用[J]. 亚热带植物科学,2005,34(2):60.
- [6] 张文珠,师彦平,刘霞,等. 中药岩白菜的反相高效液相色谱分析[J]. 分析科学学报,2003,19(6):525.
- [7] 陈文文,黄勤挽,兰雁,等. HPLC 测定民族药岩陀药材中岩白菜素的含量[J]. 华西医学杂志,2007,22(2):210.
- [8] 夏从龙,段新瑜,何华斌,等. 民族药岩陀药材中岩白菜素的高效液相色谱定量分析[J]. 时珍国医国药,2009,20(2):289.
- [9] 李翔,贾天柱,姜丽,等. 团螺蛳质量标准研究[J]. 中成药,2010,32(6):1076.

[责任编辑 蔡仲德]