

· 化学与分析 ·

女贞子不同市售品,炮制品及不同果实部位中红景天苷的含量测定

李曼玲*, 徐 丹, 仝会娟, 康 琛
(中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

[摘要] 目的:建立女贞子中红景天苷的 HPLC 的含量测定方法,测定女贞子不同市售品、不同炮制品及不同果实部位中红景天苷含量,为女贞子的质量控制研究提供参考。方法:回流提取法获得供试品溶液, HPLC 法测定其含量;色谱条件为 Kromasil-C₁₈, 250 mm × 4.6 mm, 5 μm; 流动相:甲醇-水(17:83);流速:1 mL · min⁻¹;柱温:40 °C;检测波长:275 nm。结果:采用此 HPLC 法检测药材中红景天苷在 0.25 ~ 5.02 μg 范围内 $r=0.9999$, 表明线性关系良好, 回归方程为 $Y=2.90 \times 10^5 X + 9.30 \times 10^3$;回收率为 99.52%, RSD 为 2.95%。结论:该方法能够为女贞子的质量控制提供参考数据。

[关键词] 女贞子;质量控制;红景天苷;高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)02-0014-03

女贞子为“扶正固本”的常用中药,所含齐墩果酸和多糖被认为具显著免疫增强作用^[1]。另含有特女贞苷,红景天苷等化学成分,红景天苷在红景天中的抗衰老,抗寒冷,抗微波辐射等作用已被广泛认可,且认为是红景天能适应高山恶劣环境所必需的重要有效成分^[2],因此这类成分在女贞子中的作用也不容忽视。女贞子传统用药多为入汤剂,因此为控制本药材质量,研究建立其它成分测定的基础上,对女贞子水溶性成分红景天苷的测定也是很有意义的。本文采用 HPLC 法测定了女贞子不同市售品、不同炮制品及不同部位中红景天苷含量,并进行了一系列方法学考察^[3-4]。

1 仪器与材料

Waters 600E 型高效液相色谱仪, DAD 二极管阵列检测器, Millennium³² 色谱工作站:(美国 Waters 公司) 色谱柱:KromasilC₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm)。BS 210S 型十万分之一电子天平(北京赛多利斯天平有限公司);电子恒温水浴锅(北京市长风仪器仪表

表公司);KQ-100 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

试验所用女贞子药材来源于湖南等 10 个省市,经中药所生药室胡世林研究员鉴定为木樨科植物女贞子(*Ligustrum lucidum* Ait.) 的干燥成熟果实。炮制样品为湖北宜昌女贞子,本研究室参考《全国中药炮制规范》制备(单蒸品,盐制品,醋制品,白酒制品,黄酒制品)。女贞子果实不同部位为湖南怀化女贞子。红景天苷对照品(中国药品生物制品检定所;供含量测定用,批号 110818-200404);甲醇为色谱纯,其他试剂为分析纯,水为自制高纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Kromasil-C₁₈(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 流动相:甲醇-水(17:83);流速:1 mL · min⁻¹;柱温:40 °C;检测波长:275 nm。红景天苷最大吸收波长见图 1。对照品图谱见图 2。女贞子药材图谱见图 3。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.64 mg 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取女贞子药材粉末(过三号筛)约 1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入乙酸乙酯 20 mL,密塞,摇匀,加热回流 3 h,滤过,滤液弃去,残渣挥干溶剂,再精密加入 50% 甲醇 20 mL,水浴加热回流 2 h,滤过,滤液浓缩并转移至 10 mL 量

[收稿日期] 2009-06-19

[基金项目] 十一五国家科技部支撑计划课题(2006BAI09B06-06)

[通讯作者] *李曼玲, Tel:(010)64035275; E-mail: limanling5@sohu.com

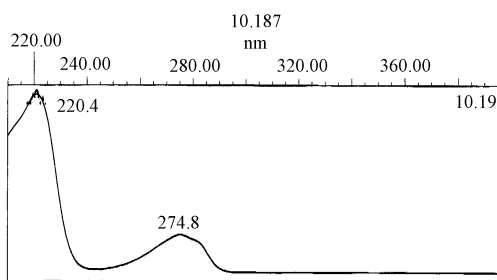


图1 红景天苷最大吸收波长图谱

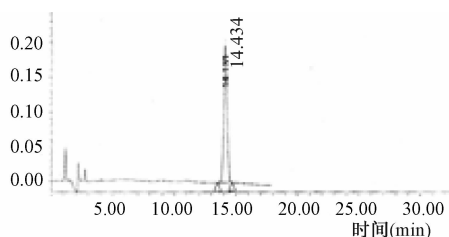


图2 对照品红景天苷的HPLC图

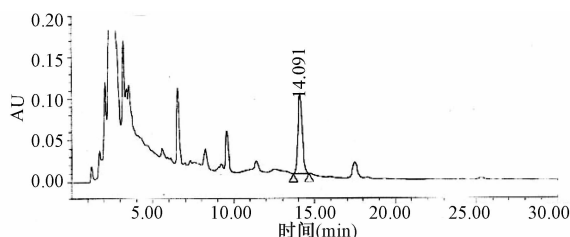


图3 女贞子药材的HPLC图谱

瓶中,加入50%甲醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,作为供试品溶液。

2.4 线性关系考察 精密称取红景天苷对照品,加甲醇制成每1 mL含0.502 mg的溶液,精密移取0.1,0.2,0.4 mL定容于1 mL量瓶中制成每1 mL含0.050 2,0.100 4,0.200 8 mg的溶液。分别将上述3个对照品溶液依次进样5 μL,再将0.502 mg·mL⁻¹对照品溶液依次进样4,6,8,10 μL,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,以进样量为横坐标,并绘制标准曲线计算回归方程为 $Y = 2.90 \times 10^5 X + 9.30 \times 10^3$ 。r = 0.999 9。表明红景天苷在0.25 ~ 5.02 μg范围内呈线性关系。

2.5 精密度试验 取同一供试品溶液,连续进样5次,计算含量。RSD% = 0.17%。

2.6 重复性试验 取5份女贞子药材粉末(过三号筛)约1 g,精密称定,按上述2.3供试品溶液制备,分别进样5次,计算含量。RSD%为2.14%。

2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液,按上述条件,于1,2,4,8 h进样1次,计算RSD%为1.87%。结果表明样品在8 h内稳定。

2.8 加样回收率试验 称取已知含量的女贞子药材粉末(过三号筛)5份,每份约1 g,精密称定,按女贞子药材中红景天苷的量约1:1比例精密加入红景天苷对照品,按上述方法进行测定,结果见表1。

表1 女贞子中红景天苷回收率

编号	药材称样量(g)	药材中红景天苷含量(mg)	红景天苷加入量(mg)	测得红景天苷总量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	1.004 2	0.200	0.251	0.460	103.59		
2	1.002 5	0.190	0.251	0.430	95.62		
3	1.115 3	0.210	0.251	0.463	100.8	99.52	2.95
4	1.004 0	0.210	0.251	0.458	98.80		
5	1.003 0	0.200	0.251	0.448	98.80		

结果表明本法有良好的回收率。

2.9 女贞子不同样品的测定 按供试品溶液的制备方法,分别对女贞子不同市售品,不同炮制品及不同果实部位中红景天苷进行了测定,测定结果见表2。

表2 女贞子不同市售药材、炮制品及不同果实部位中红景天苷的含量

药材来源	含量(%)	炮制品及不同部位样品	含量(%)
陕西汉中	0.048	生品	0.026
西安	0.064	单蒸品	0.071
安徽亳州	0.297	盐蒸品	0.061
湖北宜昌	0.026	醋蒸品	0.073
湖南怀化	0.068	白酒蒸品	0.064
江苏苏州	0.103	黄酒蒸品	0.077
内蒙古呼伦贝尔	0.091	全果实	0.068
山东莱阳	0.086	外果皮+中果皮	0.042
福建龙岩	0.045	内果皮	0.024
上海	0.471	种仁	0.126

3 讨论

由于女贞子中含有大量的脂溶性成分,所以试验中需要增加除去脂溶性成分的步骤,才能使测定红景天苷的色谱峰不受干扰,故对石油醚,氯仿,乙酸乙酯溶剂做了选择,结果表明乙酸乙酯溶剂提取后样品色谱峰分离的比较好,故确定此为除脂溶剂并对除脂时间1,3,5 h进行考察,结果表明3 h为好,列入正文。

本文对提取溶剂甲醇,乙醇和40%,50%,70%浓度的甲醇做了选择,确定50%甲醇作为提取溶剂。

本文还对样品的提取方法冷浸、回流、超声及不同提取时间进行了考察,通过试验确定回流2 h列入正文。

女贞子早在《神农本草经》中就被列为“延年”之品。因此红景天苷这类成分在女贞子中的作用不

容忽视。通过测定结果得知女贞子中红景天苷含量在0.02%~0.2%;女贞子不论采用哪种方法炮制后红景天苷含量都增加;女贞子果实不同部位中种仁红景天苷含量最高。可见古人炮制需九蒸九晒是否有一定道理,值得探讨。

[参考文献]

[1] 杨卫贤,蔡宝昌.女贞子品种成分药理研究概况报

[J].1992,8(3):186.

[2] 张瑞钧,红景天研究进展[J].中草药,1988,19(5):37.

[3] 张立海,宋友华,孙春华,等.反相高效液相色谱法测定女贞子中红景天苷的含量[J].中国药学杂志,2001,36(11):761.

[4] 王 曙,游心涛,王锋鹏.红景天属植物红景天甙的高效液相色谱分析[J].药谱学学报,1992,27(1):849.