

• 质量标准 •

首乌藤药材质量标准的研究

范宋玲*, 孙冬梅, 王洛临, 罗文汇
(广东省中医研究所, 广东 广州 510095)

[摘要] 目的: 建立首乌藤药材的质量标准。方法: 采用TLC法对首乌藤药材进行定性鉴别; 用高效液相色谱法测定2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷的含量。结果: 在TLC色谱中首乌藤斑点清晰; 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷在0.0309~1.54μg范围呈良好的线性关系, $r = 0.99965$; 平均回收率为95.5%, RSD=3.2%。结论: 所建立的方法可准确地进行定性、定量检测, 可用于首乌藤药材的质量控制。

[关键词] 首乌藤; 高效液相色谱法; 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2006)03-0007-03

Study on Quality Standards for Caulis Polygoni Multiflori

FAN Song-ling, SUN Dong-mei, WAN Luo-lin, LUO Wen-hui
(Guangdong Institute of TCM, Guangzhou 510095, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality standards for Caulis Polygoni Multiflori. **Method:** The TLC and HPLC methods were used for identification and quantitative determination of 2, 3, 5, 4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside. **Result:** Caulis polygoni multiflori could be identified by TLC. 2, 3, 5, 4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside showed a good linear relationship at a range of 0.0309~1.54μg, $r = 0.99965$. The average recovery was 95.5%, and RSD was 3.2%. **Conclusion:** The methods can be used for the quality control of Caulis Polygoni Multiflori.

[Key words] Caulis Polygoni Multiflori; HPLC; 2, 3, 5, 4'-Tetrahydroxystilbene-2-O-β-D-glucoside

首乌藤为常用中药, 具有养心安神, 祛风通络之功效。为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 干燥藤茎。在药源调查中, 了解到除正品首乌藤外, 在某些省区曾有少量混淆品使用, 为了保证中药质量功效的稳定性及用药安全, 必须建立质量标准予以检验控制。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: HP1100, 电子分析天平: BP211D (Sartorius, 德国); 超声提取器 (CQ-25-6 上海)。乙腈为色谱纯; 其他试剂均为分析纯; 水为双蒸水; 2, 3, 5, 4'-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷

(以下简称二苯乙烯苷) 对照品由中国药品生物制品检定所提供。

德庆首乌藤药材由德庆市中医院全耀雄药师提供, 其他产地药材由广东一方药业有限公司提供。

2 薄层鉴别

取本品粉末 0.5g, 加乙醇 25mL, 加热回流 1h, 滤过, 滤液浓缩至 3mL, 作为供试品溶液。另取大黄素对照品及二苯乙烯苷对照品, 加乙醇分别制成每 1mL 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取上述溶液各 5μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-乙醇 (2: 1) 为展开剂, 展至约 3cm, 取出, 晾干, 再以苯-乙醇 (4: 1) 为展开剂, 展至约 8cm, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相对应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

3 含量测定

[收稿日期] 2005-04-20

[基金项目] 国家科技攻关计划 (No: 2001BA701A38)

[通讯作者] 范宋玲, Tel: (020) 83501292; E-mail: gzfsl@126.com

3.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil C18(250×4mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-水(25:75); 流速: 0.7mL/min; 检测波长: 320nm。

3.2 对照品溶液的制备 精密称取二苯乙烯苷对照品适量, 加稀乙醇制成每 1mL 含 0.08mg 的溶液, 备用。

3.3 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 1.5、10、15、20 μ L, 注入色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积积分值为纵坐标, 二苯乙烯苷的进样量为横坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程: $Y = 3864X + 21$, $r = 0.99965$ 。表明二苯乙烯苷在 0.0309~1.54 μ g 范围内具有良好的线性关系。

3.4 稳定性试验 取同一样品溶液, 按含量测定项下方法测定 5 次, 每次间隔 1 小时, 实验表明 4 小时内稳定, RSD 为 1.3%。

3.5 精密度试验 精密吸取同一对照品, 按上述色谱条件, 重复进样 5 次, 测得平均峰面积积分值为 5887.27236, RSD 为 1.8%。

3.6 重复性试验 按拟定的含量测定方法, 用同一批样品(德庆)分别制备供试液, 测得含量的 RSD 为 2.0% ($n = 5$), 结果表明本法重现性较好。

3.7 回收率试验 采用加样回收法, 精密称取已知含量的样品适量, 分别精密加入一定量的二苯乙烯苷对照品, 按供试品制备与测定方法, 在上述色谱条件下, 平行做 5 组, 结果见表 1。

表 1 二苯乙烯苷回收率试验结果

序号	样品中二苯乙烯苷的量 (mg)	加入量 (mg)	测出量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.1619	0.2412	0.3988	98.2		
2	0.1599	0.2412	0.3825	92.2		
3	0.1596	0.2412	0.3948	97.5	95.5	3.2
4	0.1621	0.2412	0.3969	97.3		
5	0.1636	0.2412	0.3858	92.1		

3.8 样品的制备 取首乌藤药粉 0.2g, 精密称定, 置 50mL 锥形瓶中, 精密加稀乙醇 25mL, 称定重量, 加热回流 30min, 放冷, 再称定重量, 用稀乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 过微孔滤膜, 备用。

分别吸取对照品溶液 10、供试品溶液各 20 μ L, 注入液相色谱仪, 测定, 用外标一点法计算含量, 结果见表 2。

4 讨论

4.1 中国药典 2000 年一部首乌藤鉴别项下只对大黄素进行 TLC 鉴别, 本试验在该基础上, 采用以上方法对大黄素及二苯乙烯苷进行 TLC 鉴别, 结果重现

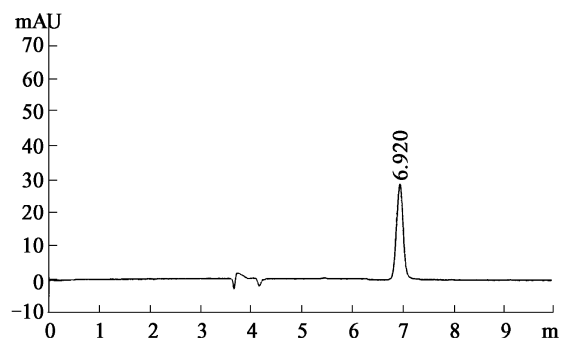
性好, 经多批样品鉴别, 均能检出与对照品相同的斑点。从薄层图谱可看出, 首乌叶与首乌藤样品有区别, 首乌叶的大黄素、二苯乙烯苷斑点淡, 红色斑点较明显。

表 2 首乌藤中二苯乙烯苷含量测定结果

产地	含量 (mg/g)	
玉林	0.252	0.201
樟树	0.408	0.376
茂名	0.597	0.604
广西	0.309	0.329
德庆	0.443	0.427
德庆大桥 2	0.630	0.629
德庆大桥 1	0.633	0.665
德庆九市	0.844	0.792
德庆官坞	0.857	0.859
德庆登云村	0.450	0.469
药房	3.66	3.81

首乌藤薄层色谱图

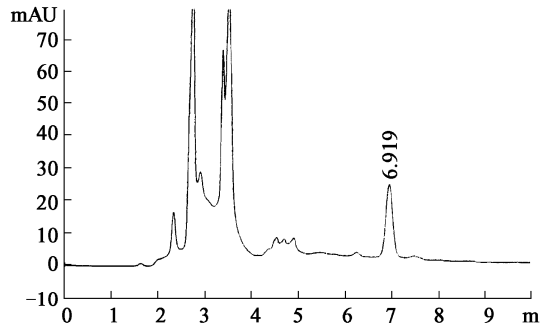
1. 二苯乙烯苷; 2~5、8、9、12、13、首乌藤药材; 6、7、10、11、首乌叶药材; 14、大黄素、大黄素甲醚



二苯乙烯苷液相色谱图

4.2 二苯乙烯苷的含量测定方法有 HPLC 法^[1]、一阶导数光谱法、正交函数分光光度法^[2]、薄层扫描法、荧光分光光度法^[3]等多种方法。各种测定方法以 HPLC 法的专属性最强, 灵敏度最好, 能更精确的测定二苯乙烯苷的含量。

4.3 有关文献曾对首乌藤中的蒽醌成分进行测定^[2]。本文主要针对首乌藤的另一有效成分二苯乙烯苷的含量, 采用何首乌药材对该成分的测定方法^[1]进行定量测定。比较索氏提取、超声提取、回流提取三种提取方法, 以稀乙醇回流提取 30min 为佳。



首乌藤药材液相色谱图

提取时应注意防止冷凝管外的冷凝水顺锥形瓶口流入瓶中, 否则将导致结果不准确。实验结果表明首

乌藤药材二苯乙烯苷的含量大部分在 0.2~ 0.8mg/g 之间, 其中以德庆首乌藤的含量为高。该检测方法简便, 灵敏度高, 重现性好, 可用于首乌藤的质量控制。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S], 一部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 139, 218.
- [2] 陈发奎. 常用中草药有效成分含量测定[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1997. 327.
- [3] 苗明三, 李正国. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000. 541.