

HPLC 法测定不同虎杖炮制品中白藜芦醇苷的含量

江海燕, 卢忠朋, 潘 莹, 黄建敏*

(广西中医学院药学院, 广西 南宁 530001)

虎杖为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc 的干燥块茎和根, 性微寒, 味微苦。具有清热利湿、散瘀定痛等功效^[1]。《雷公炮制论》记载“虎杖, 采得后, 细研, 却用虎杖叶裹一夜, 出煞干用。”“虎杖取根, 以汤入器中, 渍五七日, 冷乃易, 日换三、四遍, 洗去涎, 暴干用之或再炮。”现代炮制以“洗净, 闷润至透, 切厚片”的润品为主。蒽醌类和芪类化合物常作为控制虎杖饮片质量的主要指标。不同炮制方法对虎杖中大黄素的含量有一定影响^[2,3]。本实验以白藜芦醇苷为指标, 采用高效液相色谱法测定虎杖生品、盐炙品、酒炙品、醋炙品中白藜芦醇苷的含量, 为改进虎杖饮片炮制方法提供实验依据。

1 仪器与材料

Series—1100 高效液相色谱仪(美国惠普公司), 美国惠普化学工作站, LG16—W 高速离心机(北京医用离心机厂); SB3200—T 超声器(上海 Branson); 白藜芦醇苷(北京迪尔塔金生物技术有限公司, 纯度为 99%); 虎杖饮片购自广西南宁药材站, 经本院中药鉴定教研室朱华博士鉴定为蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc 的干燥根茎和根; 甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

2 供试品的制备

2.1 生虎杖: 取虎杖饮片约 100 g, 除去杂质, 粉碎, 过 65 目筛。

2.2 盐炙品: 取净虎杖饮片 100 g, 加盐水 18 mL (盐 2 g, 稀释 9 倍) 拌匀, 闷润至盐水被吸尽后, 置热锅中用中火炒干, 取出放凉。置烘箱中 60 ℃ 烘 30 min, 取出趁热粉碎过 65 目筛。

2.3 酒炙品: 取净虎杖饮片 100 g, 加米酒 10 mL (加水稀释一倍), 拌匀, 闷润至酒被吸尽后, 置热锅中用文火炒干, 有轻微的酒气时取出放凉, 置烘箱中 60 ℃ 烘 30 min, 取出趁热粉碎过 65 目筛。

2.4 醋炙品: 取净虎杖饮片 100 g, 加 20 mL 米醋拌匀, 闷润至醋被吸尽后, 置热锅中用文火炒干, 具

醋香味, 取出放凉。置烘箱中 60 ℃ 烘 30 min, 取出趁热粉碎过 65 目筛。

3 方法^[4]与结果

3.1 色谱条件: Eclipse XDB C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(15:85); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 303 nm; 柱温: 室温; 进样量: 5 μL。理论塔板数按白藜芦醇苷计不低于 8 000。

3.2 标准曲线的绘制: 精密称取白藜芦醇苷 6.2 mg, 用甲醇溶解, 定容至 100 mL。分别精密吸取 1, 2, 3, 4, 5 μL, 进样, 测定。以其浓度对峰面积的直线回归方程为 $A = 3\,734.231\,87\,C - 5.453\,03$, $r = 0.999\,92$ 。白藜芦醇苷在 0.123~0.374 5 μg/mL 与峰面积线性良好。

3.3 供试品溶液的制备: 精密称取生虎杖粉及各炮制品粉 0.5 g, 用滤纸包裹置于索氏提取器中, 加甲醇 100 mL, 恒温水浴中回流提取 6 h, 回收溶剂浓缩后转入 50 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 滤过, 再用甲醇稀释 2 倍即得。

3.4 精密度试验: 精密吸取白藜芦醇苷对照品溶液, 重复进样 5 次, 每次 5 μL, 测定峰面积的 RSD 为 0.63% ($n = 5$)。

3.5 重现性试验: 精密称取 5 份虎杖醋炙品 0.5 g, 制备供试品溶液, 在上述色谱条件下测定峰面积, 计算得白藜芦醇苷含量的 RSD 为 0.92% ($n = 5$)。

3.6 稳定性试验: 分别取虎杖生品供试品溶液 5 μL, 于 0, 4, 8, 12, 24 h 测定, 结果白藜芦醇苷含量在 24 h 内基本稳定, RSD 为 0.36%。

3.7 加样回收率试验: 精密称取虎杖醋炙品 0.1 g 各 5 份, 加入 10 mL 白藜芦醇苷对照品溶液, 混匀, 按 3.3 项下方法处理, 测定, 结果平均回收率为 100.2%, RSD 为 0.45%。

3.8 样品测定: 分别吸取虎杖生品、盐炙品、醋炙品、酒炙品供试品溶液各 5 μL, 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 计算样品中白藜芦醇苷的

* 收稿日期: 2003-09-11

基金项目: 广西自然科学基金资助项目(0135028)

作者简介: 江海燕(1958—), 女, 副教授, 硕士, 主要研究方向为药品质量管理与中药炮制质量研究。

Tel: (0771) 3137585 E-mail: jhywe@sina.com

* 本院 2001 级中药专业学生

含量, 结果见表 1, 色谱图见图 1。结果显示, 虎杖不同炮制品中白藜芦醇苷的含量与生品相比依次为: 生品 > 盐炙品 > 醋炙品 > 酒炙品, 不同炮制品中白藜芦醇苷的含量均有降低。原因可能是炮制后白藜芦醇苷的生物活性受到破坏而发生变化, 提示不同炮制方法对虎杖中白藜芦醇苷的含量有一定影响, 这对阐述虎杖的炮制理论有一定意义。

表 1 不同虎杖炮制品中白藜芦醇苷的测定结果 (n=3)
Table 1 Determination of piceid in different processed products of *P. cuspidatum* (n=3)

样 品	白藜芦醇苷/%	RSD/%
生 品	1.549	1.34
盐炙品	1.114	1.79
醋炙品	1.018	1.95
酒炙品	0.993	1.98

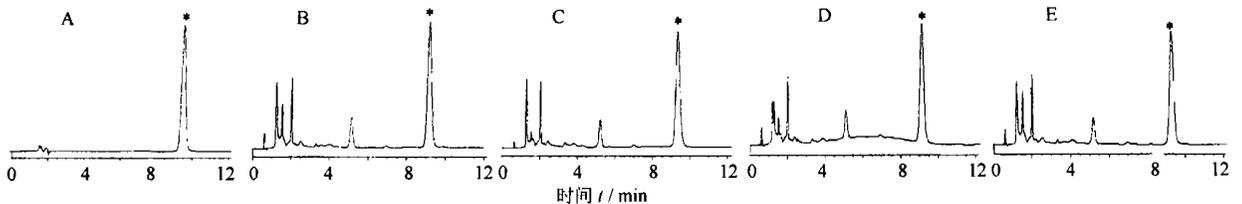


图 1 白藜芦醇苷对照品(A)和虎杖生品(B)、盐炙品(C)、醋炙品(D)及酒炙品(E)的 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC chromatograms of piceid (A), crude drug (B), sample fried with salt (C), sample fried with vinegar (D), and sample fried with wine (E)

4 讨论

4.1 传统认为食盐性寒, 有清热凉血、软坚散结的作用, 虎杖经盐炙后可引药下行, 提高疗效。酒性热, 可缓和虎杖苦寒之性, 并有活血通络、行药效之功, 虎杖经酒炙酒力有助于其活性成分在血脉中运行之速度, 增强其散瘀定痛的功效。醋有活血化瘀, 引药归经之功, 可协同药物发挥作用。

4.2 虎杖为常用的中药, 其主要成分为大黄素和白藜芦醇苷, 前者具有抗病毒、抗炎、抗菌、平喘及降压等作用, 后者有调血脂、抗血栓、强心及保肝等作用。虎杖经酒炙、醋炙、盐炙后并不影响大黄素含量, 且以炮制品含量为高^[3], 但白藜芦醇苷含量以生品为

高。不同虎杖炮制品是否对药效产生影响有待进一步研究。

References

- [1] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed Vol I.
- [2] Jiang H Y, Cai S F, Pan Y. Experimental study on rhizoma of differently-processed *Polygonum cuspidatum* products [J]. *Chin Arch Tradit Chin Med* (中医药学刊), 2002, 20(8): 426-427.
- [3] Jiang H Y, Zhu H, Hang H X, et al. Effect of processing on piceid and emodin in *Polygonum cuspidatum* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(6): 413-415.
- [4] Zhou J J, Zhang H J, Yang P J, et al. Determination of resveratrol glucoside and resveratrol in radix and rhizome of *Polygonum cuspidatum* yielded in Hanzhong region [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(5): 414-416.

RP-HPLC 法测定白柳皮提取物中水杨苷的含量

惠玉虎, 王让成*

(西安皓天生物工程技术有限责任公司, 陕西 西安 710075)

白柳皮提取物是杨柳科植物白柳 *Salix alba* L. 的树皮经提取后喷雾干燥而成, 主要含有水杨苷等成分^[1]。水杨苷具有解热、镇痛等功效, 用于退热和治疗关节炎等疾病。水杨苷的测定方法有薄层色谱法、电泳法、电化学法、紫外光谱法, 但这些方法操作繁琐。高效液相色谱法亦有报道, 采用缓冲盐为流动相^[2]。本实验对白柳皮提取物中水杨苷含量的

HPLC 测定方法进行了改进, 建立了白柳皮提取物中水杨苷含量的 RP-HPLC 测定方法。该方法不需要在流动相中添加缓冲盐就能达到很好的分离。

1 仪器与试剂

Waters515 型高效液相色谱仪, Waters2487 型紫外检测器(美国 Waters 公司), GS2010 型色谱数据工作站(北京精瑞计算机技术公司), KQ—250 型