

HPLC 法测定不同续断炮制品中川续断皂苷 VI

马新飞, 陆兔林*, 毛春芹, 宋 坤, 殷放宙, 李 林

(南京中医药大学, 江苏 南京 210046)

续断始载于《神农本草经》,列为上品,主要分布于四川、湖北、云南、贵州等地。性微温,味苦、辛、甘,归肝、肾经,具有补肝肾、强筋骨、续折伤、止崩漏之功。临床常用续断生品、酒续断和盐续断,其中续断生品偏于补肝肾、强筋骨,用于腰膝酸软、风湿痹痛。酒续断偏于通血脉、续筋骨、止崩漏,多用于崩漏经多、胎漏下血、跌扑损伤。盐续断偏于引药下行,补肝肾、强腰膝的作用增强,用于腰背酸痛、足膝软弱。采用《中国药典》2005 年版一部续断项下川续断皂苷 VI 的测定方法分离度存在一定问题。因此本实验重新建立了样品测定的方法和提取方法,采用 RP-HPLC 法比较了续断不同炮制品中川续断皂苷 VI 的变化。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 液相色谱仪(美国惠普公司);Mettler Toledo AG285 电子天平;KQ—500E 型医用超声清洗器(昆山超声仪器有限公司);HH—4 数显恒温水浴锅。

川续断皂苷 VI 对照品(批号 111685-200401)由中国药品生物制品检定所提供。乙腈为 HPLC 级,其余试剂均为 AR 级。续断药材购自南京市药材公司,经南京中医药大学药学院陈建伟教授鉴定为川续断科植物川续断 *Dipsacus asperoides* C. Y. Cheng et T. M. Ai 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 续断炮制品的制备^[1]

续断生品:取续断饮片 200 g,除去杂质,粉碎,过 50 目筛,称重,如法平行取样 3 份,得率分别为 97.5%、97.3%、98.2%。

酒续断:取生品 200 g,加入黄酒 20 mL(加水稀释 1 倍)拌匀,稍闷润,待酒被吸尽后,置炒制容器内,用文火加热,炒至微带黑色时,取出晾凉,筛去碎屑。粉碎,过 50 目筛,称重,如法平行取样 3 份,得率分别为 94.5%、93.7%、95.2%。

盐续断:取生品 200 g,加盐水 40 mL(盐 4 g,稀

释 10 倍),拌匀,稍闷润,待盐水被吸尽后,置炒制容器内,用文火加热,炒干,取出晾凉,筛去碎屑。粉碎,过 50 目筛,称重,如法平行取样 3 份,得率为 96.8%、96.8%、97.2%。

2.2 色谱条件:色谱柱为 Kromasil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);以乙腈-水溶液为流动相进行梯度洗脱:0~8 min, 3% 乙腈;8~15 min, 15% 乙腈;15~30 min, 30% 乙腈;30 min 以后, 100% 乙腈;体积流量为 1.0 mL/min;检测波长为 212 nm^[2];柱温为 30 ℃;进样量为 10 μL,色谱图见图 1。

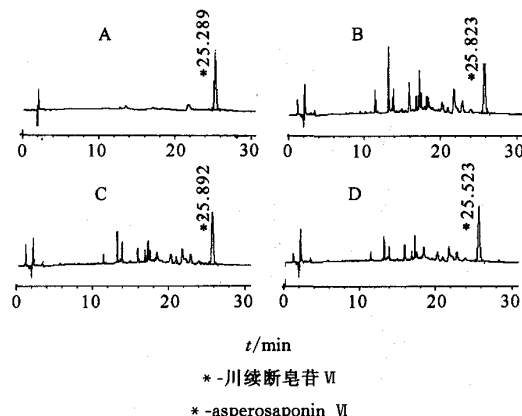


图 1 川续断皂苷 VI 对照品(A)、续断生品(B)、酒续断(C)、盐续断(D)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of asperosaponin VI reference substance (A), *Radix Dipsaci* (B), wine-baked *Radix Dipsaci* (C), and salt solution-baked *Radix Dipsaci* (D)

2.3 对照品溶液的制备:精密称取 105 ℃干燥至恒重的川续断皂苷 VI 对照品适量,置 25 mL 量瓶中,用 30% 乙腈水溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,即得 1.684 mg/mL 对照品溶液。

2.4 供试品溶液的制备:取续断炮制品粉末约 0.5 g,精密称定,置离心管中,加甲醇 25 mL,超声(功率 250 W,频率 40 kHz)处理 20 min,离心,重复 3 次,合并上清液并蒸干甲醇,残渣加水 25 mL 微热使溶

收稿日期:2006-07-21

作者简介:马新飞(1982—),男,江苏金坛人,南京中医药大学 2004 级硕士研究生,主要研究方向为中药质量控制及新药开发研制工作。

E-mail: maxinfei2005@163.com

* 通讯作者 陆兔林 Tel: (025)85811513 E-mail: ltl63@sina.com

解,转移至分液漏斗中,用水饱和正丁醇萃取 3 次,每次 25 mL,合并正丁醇液,用氨试液洗涤 2 次,每次 25 mL,弃去氨液,正丁醇液水浴蒸干,用 30% 乙腈水溶液溶解并转移至 25 mL 量瓶中,摇匀,过 0.45 μm 滤膜,滤液作为供试品液。

2.5 线性关系的考察:取川续断皂苷 VI 对照品液,加 30% 乙腈水溶液制成 0.210 5、0.421、0.842、1.263、1.684 mg/mL 对照品溶液,在上述色谱条件下,分别取样 10 μL 注入液相色谱仪。以峰面积积分值为纵坐标,进样量为横坐标作标准曲线,得回归方程: $Y=173.92 X+17.33$, $r=0.999 9$ 。实验结果表明川续断皂苷 VI 在 2.105~16.84 μg 与峰面积呈现良好的线性关系。

2.6 精密度试验:精密吸取川续断皂苷 VI 对照品溶液 10 μL ,连续进样 6 次,测定峰面积,结果以峰面积计算得 RSD 为 0.98%。

2.7 重现性试验:续断生品粉末平行称取 6 份,各 0.5 g,精密称定,制备供试品溶液,精密吸取 10 μL ,注入液相色谱仪,测定峰面积,计算川续断皂苷 VI 的质量分数,得其 RSD 为 1.12%。

2.8 稳定性试验:取续断生品供试品溶液,分别于 0、2、4、8、10、12 h 精密吸取 10 μL 注入液相色谱仪,测定川续断皂苷 VI 的峰面积,计算得其 RSD 为 0.89%。结果表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验:称取已知川续断皂苷 VI 质量

分数的续断生品粉末 0.25 g,精密称定,置离心管中,分别加入相当于续断生品中川续断皂苷 VI 对照品约 5 mg,制备供试品溶液,进样测定,计算得平均回收率为 97.51%,RSD 为 2.81% ($n=6$)。

2.10 样品测定:取川续断皂苷 VI 对照品溶液和续断各炮制品溶液 10 μL ,进样测定,采用外标法计算川续断皂苷 VI 的质量分数,结果见表 1。

表 1 续断不同炮制品中川续断皂苷 VI 的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Asperosaponin VI in *Radix Dipsaci* by various processing methods ($n=3$)

批次	川续断皂苷 VI / %		
	续断生品	酒续断	盐续断
1	2.315	2.248	2.487
2	2.289	2.259	2.495
3	2.299	2.207	2.443

3 讨论

续断临床常用的饮片有续断、酒续断和盐续断。用不同辅料、不同方法加工炮制续断,其成分川续断皂苷 VI 没有明显变化。实验结果表明酒续断中川续断皂苷 VI 较续断生品略有下降,而盐续断的较生品的略有上升,但是临床疗效各有所长,提示续断发挥功效的成分是多样的,有待进一步深入研究。

Reference:

- [1] Gong Q F. *Chinese Materia Medica Preparation* (中药炮制学) [M]. Beijing: Chinese Press of Traditional Chinese Medicine, 2003.
- [2] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

薄层扫描法测定桂麻合方中麻黄碱

张素华¹, 贾春华², 庞宗然², 李守拙², 辛春兰¹

(1. 承德医学院附属医院, 河北 承德 067000; 2. 承德医学院, 河北 承德 067000)

桂枝汤、麻黄汤是张仲景《伤寒杂病论》中著名的中药传统方剂。麻黄汤由麻黄 9 g、桂枝 6 g、苦杏仁 9 g、炙甘草 3 g 组成,具有发汗解表,宣肺平喘的功能,其方中君药为麻黄。桂枝汤由桂枝 9 g、白芍 9 g、炙甘草 6 g、生姜 9 g、大枣 12 枚组成,为解表之剂,亦属助阳滋阴之方。桂麻合方是由麻黄汤和桂枝汤合并而成的方剂,在临床应用中取得了较好的疗效。为了探讨桂麻合方中麻黄碱的变化,本实验采用薄层扫描法对桂麻合方中麻黄碱进行测定,为桂麻合方的质量控制提供依据。

1 仪器与材料

日本岛津 CS—930 双波长薄层扫描仪;瑞士梅特勒 AG—245 型电子分析天平;麻黄、桂枝、苦杏仁、白芍、炙甘草、生姜、大枣药材均购于中国药材集团承德分公司,由承德医学院中药研究所鉴定,符合《中国药典》2005 年版的相关规定。盐酸麻黄碱对照品购于中国药品生物制品检定所;高效硅胶 G 薄层板为烟台化工研究所产品;微量定量毛细管为美国 Drummond 公司产品;其他试剂均为 AR 级。

2 方法与结果