

中,天麻素的量最高,因此确定10%乙醇作为洗脱液。在栀子的鉴别中发现用70%乙醇洗脱时,栀子苷的量最高,因此确定70%乙醇作为洗脱液。

3.2 展开剂的选择

舒天宁颗粒中天麻的定性鉴别曾参考《中国药典》2005年版“天麻”药材的方法,以醋酸乙酯-甲醇-水(9:1:0.1)为展开剂,结果供试品斑点重叠比较严重,分离度差,且阴性对照有干扰;改用三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(8:1:3:0.1)为展开剂后,发现色谱图中天麻素斑点清晰,无干扰。

3.3 检测波长的选择

经紫外扫描,天麻素对照品在220、270 nm波长处有最大吸收,从天麻素对照光谱图可见220 nm检测的灵敏远高于270 nm;分析两个波长的峰面积,220 nm检测的峰面积为270 nm的10倍,所以选择220 nm作为测定波长。

参考文献

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 李怀斌,侯建平,邵可众,等.复方天麻首乌酒中天麻素的鉴别[J].安徽中医学院学报,2002,21(6):3.
- [3] 朱浩,毛声俊.大孔树脂吸附纯化不同中药有效部位特性研究[J].中国中药杂志,1998,23(10):607.

(收稿日期 2008-10-21)

HPLC法测定短柱肖菝葜中芒果苷

秦文杰^{1,2},易剑平¹,周大成¹,王钢力²,林瑞超^{2*}

(1. 中药复方新药开发国家工程研究中心,北京 100075;2. 中国药品生物制品检定所,北京 100050)

摘要:目的 建立HPLC法测定短柱肖菝葜药材中芒果苷的方法。方法 采用C₁₈色谱柱,乙腈-0.5%冰醋酸溶液(10:90)为流动相;体积流量1 mL/min;柱温25℃;检测波长316 nm。结果 芒果苷在6.26~50.08 μg与峰面积积分值呈良好的线性关系。平均回收率为101.31%;RSD为1.79%。结论 该法简便、准确,可作为短柱肖菝葜药材的测定方法。

关键词:短柱肖菝葜;HPLC法;芒果苷

中图分类号:R284.1

文献标识码:A

文章编号:1674-5515(2009)02-0108-02

短柱肖菝葜 *Heterosmilax yunnanensis* Gagnep. 为百合科肖菝葜属植物,具有清热、除湿、解毒之功效。用于湿热淋浊、带下、痈肿、瘰癧、梅毒及汞中毒所致的肢体拘挛、筋骨疼痛。短柱肖菝葜的化学成分、质量控制等研究未见报道。笔者从化学成分、药理活性和质量控制等方面对其进行了较为深入的研究^[1-2]。化学成分提取、分离结果表明,短柱肖菝葜中含有许多黄酮类成分,种类多,但量低,其中芒果苷的量相对比较大,且单体化合物体外抗肿瘤细胞筛选结果表明,包括芒果苷在内的呋喃萜类化合物有较好的抑制人肺癌细胞(A-549)和人结肠癌细胞(HCT-8)的作用,因此选择芒果苷作为指标成分,采用HPLC法对其进行了定量分析。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(日本岛津 CLASS-VP

10AVP),Hydro-RP80A C₁₈色谱柱(250 mm×4.6 mm,4 μm,Phenomenex公司);乙腈(色谱纯),其他试剂均为分析纯,纯净水(自制)。

对照品:芒果苷(批号111607-200402,中国药品生物制品检定所提供)。短柱肖菝葜药材分别于2005年6月、2005年7月、2006年8月、2006年10月采集于贵州遵义金顶山镇莲花池片区黄中村印山(按采集时间先后,批号分别为0506、0507、0608、0610),经张继副主任药师鉴定为短柱肖菝葜 *H. yunnanensis* Gagnep. 的干燥根茎;标本存于中国药品生物制品检定所标本馆。

2 方法与结果

2.1 检测波长的选择

精密称取芒果苷对照品6.26 mg,置50 mL量瓶中,加甲醇适量,超声使溶解,加甲醇至刻度,摇

基金项目 北京市科技计划项目(D0206001043491)

作者简介 秦文杰(1971—),女,博士,主要研究方向:中药化学成分及质量控制。Tel:(010)87632624,E-mail:zzwenjieqin@yahoo.com.cn

* **通讯作者** 林瑞超,男,教授,博士生导师,Tel:(010)67095307,E-mail:Linrch307@sina.com

匀;精密吸取1 mL至50 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,以甲醇为空白,照紫外-可见分光光度法(《中国药典》2005年版一部附录V A),在200~400 nm波长进行光谱扫描,根据扫描结果确定本品测定波长为316 nm。

2.2 色谱条件

Hydro-RP80A C₁₈色谱柱(250 mm×4.6 mm,4 μm);以乙腈-0.5%冰醋酸溶液(10:90)为流动相;检测波长:316 nm;体积流量:1.0 mL/min;柱温:25℃;进样量10 μL。理论板数按芒果苷计算,应不低于3 000。色谱图见图1。

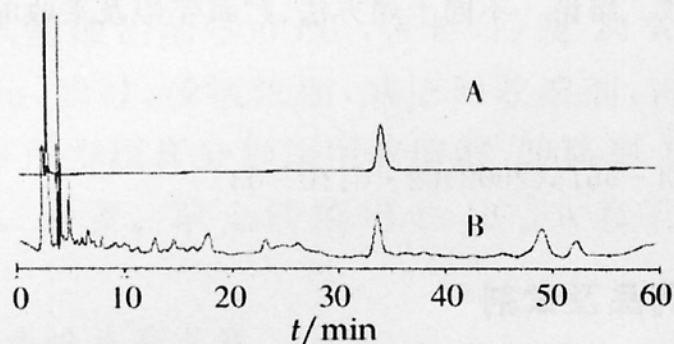


图1 芒果苷对照品(A)和短柱肖菝葜样品(B)的HPLC图

2.3 对照品溶液的制备

精密称取芒果苷对照品适量,加甲醇制成30 μg/mL的对照品溶液,即得。

2.4 供试品溶液的制备

取短柱肖菝葜药材粉末4 g,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇适量,加热回流至提取液无色,用甲醇少量洗涤容器,洗液并入提取液,蒸发浓缩并转移至10 mL量瓶中,即得。

2.5 线性关系考察

精密称取芒果苷对照品适量,加甲醇溶解,制成125.2 μg/mL的对照品溶液,分别精密吸取0.5、1、2、3、4 mL至10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,得质量浓度分别为6.26、12.52、25.04、37.56、50.08 μg/mL的对照品溶液。分别进样10 μL,按上述色谱条件,测定芒果苷峰面积积分值,结果表明,在6.26~50.08 μg/mL,芒果苷的质量浓度与峰面积积分值呈良好的线性关系,回归方程为 $Y = 14\,267 X + 118\,753$, $r = 0.999\,2$ 。

2.6 稳定性试验

照上述色谱条件,取同一供试品溶液(批号0506),每隔2 h时进样一次,进样20 μL,记录峰面积,结果表明,供试品溶液在8 h内基本稳定,峰面积积分值RSD为1.68%。

2.7 精密度试验

照上述色谱条件,取同一供试品溶液(批号

0506),重复测定5次,峰面积积分值RSD为1.45%。

2.8 重现性试验

取同一批样品(批号0506),按2.4方法平行制备5份供试液,按照上述色谱条件,分别进样20 μL,进行量的测定,结果RSD为2.11%。

2.9 加样回收试验

精密称取批号0506样品2 g,共6份,分别精密加入125.2 μg/mL芒果苷对照品溶液1 mL,制备供试品溶液,进样20 μL,测定,计算回收率。结果芒果苷的平均回收率为101.31%,RSD为1.79%。

2.10 样品测定

取本品4批,每批样品取3份,制备供试品溶液,取供试品溶液和对照品溶液分别进样,测定4批样品中芒果苷的量,测定结果见表1。

表1 样品中芒果苷的测定结果(n=3)

批号	芒果苷/(μg·g ⁻¹)
0506	48.28
0507	44.28
0608	28.53
0610	68.63

3 讨论

肖菝葜属植物民间习称“白土苓”,收载于贵州、湖南和四川省中药材标准^[3-5]。相关文献中,有关肖菝葜属植物的研究非常少,仅见《中国植物志》和《常用中药材品种整理和质量研究》中有其生药学方面的研究,未见有关其质量控制方面的其他报道。笔者首次报道了肖菝葜属植物短柱肖菝葜中芒果苷的测定,为建立短柱肖菝葜及其同属的其他种药材的质量控制方法奠定了较好的基础。

由于目前仅测定了从贵州遵义一个产地采集的4批药材,样品的代表性不够,其他产地的药材有待进一步收集,待测定足够量的样品后再拟订合理的限度。本实验所进行的工作只是对该药材质量控制方法的初步探讨,今后随着样本量的扩大,还需进一步完善,使其更具有针对性和代表性。

参考文献

- [1] 秦文杰,王钢力,林瑞超.短柱肖菝葜化学成分的研究[J].中药材,2007,30(8):959-961.
- [2] 秦文杰,王钢力,林瑞超.短柱肖菝葜化学成分研究Ⅱ[J].中草药,2007,38(10):1466-1468.
- [3] 四川省卫生厅.四川省中药材标准[S].1987.
- [4] 贵州省药品监督管理局.贵州省中药材、民族药材质量标准[S].1988.
- [5] 湖南省卫生厅.湖南省中药材标准[S].1993.

(收稿日期 2008-12-01)