

· 药剂与工艺 ·

HPLC法对不同产地两头尖中皂苷 D的定量分析[△]

长春中医学院中药系 (130021) 李勇* 张惠 刘大有

摘要 以两头尖皂苷 D (raddeanoside D) 为含量测定指标, 采用 HPLC 法测定了产于黑龙江、吉林、辽宁、山东共 10 个药材中皂苷 D 的含量, 分别为 0.355%、0.321%、0.280%、0.219%, 本法快速、简便、重现性好, 为两头尖质量控制和评价提供了可靠的依据。

关键词 两头尖 皂苷 D HPLC 定量分析

Quantitative Analysis of Raddeanoside D in Radde Anemone Rhizome (*Anemone raddeana*) from Different Habitats by HPLC

Department of Traditional Chinese Materia Medica, Changchun College of TCM (Changchun 130021)

Li Yong, Zhang Hui and Liu Dayou

Abstract Using raddeanoside D, the main active constituent of *Anemone raddeana* Regel, as the quality control criteria, 10 samples of the herbal drug collected from different localities of Heilongjiang, Jilin, Liaoning and Shandong provinces were analysed by HPLC. Results showed that the average raddeanoside D contents were 0.355%, 0.321%, 0.280% and 0.219% respectively. This method was proved to be quick, simple and reproducible, and provided a reliable basis for the quality control and evaluation of *A. raddeana*.

Key words *Anemone raddeana* Regel raddeanoside D HPLC quantitative analysis

中药两头尖为毛茛科银莲花属植物多被银莲花 *Anemone raddeana* Regel 的干燥根茎, 首载于明代刘文泰所著《本草汇精要》中, 临床上具有“祛风湿、消痈肿”的作用, 用于风寒湿痹、四肢拘挛、骨节疼痛、疮痍溃烂^[1]等症。两头尖皂苷 D (raddeanoside D) 为其主要活性成分^[2]。药理研究表明皂苷 D 具有抗肿瘤、抗炎、镇痛、镇静、抑菌、溶血作用^[3,4]。我们选用两头尖皂苷 D 为含量测定指标, 对我国东北及山东四省产两头尖中皂苷 D 进行了 HPLC 法定量分析, 为两头尖内在质量控制提供了科学依据

1 仪器与试剂

LC-6A 高效液相色谱仪 (日本): 包括 LC-6A 高压溶剂输送泵, SPD-6A 紫外-可见检测器, CR-4A 色谱数据处理机; 两头尖皂苷 D 对照品由长春中医学院明兴药物研究室自制, 经光谱鉴定, 并经 HPLC 分析为单一峰, 纯度为 98.5471%; 10 个两头尖的产地和采集时间见表 1, 经长春中医学院邓明鲁教授鉴定为多被银莲花 *Anemone raddeana* Regel 的根茎。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Shimpack C₁₈ 柱 (4.6 mm × 200 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水 (7:3); 流速为 1 mL/min; 检测波长为 207 nm; 纸速为 1.0 mm/min; 灵敏度为 0.30 AUFS

2.2 标准曲线的制作: 精密称取干燥至恒重的两头尖皂苷 D 对照品 2 mg, 加流动相溶解并定容至 1 mL, 作为对照品溶液。分别以 2, 4, 6, 8, 10 μL 进样测定, 以皂苷 D 的峰面积积分值为纵坐标, 皂苷 D 对照品的量为横坐标, 绘制标准曲线, 得一不通过原点的直线, 其回归方程为: $Y = 38747.9X - 654.9$, $r = 0.9998$ 。皂苷 D 标准品在 4.0~20.0 μg 范围内与峰面积呈良好的线性关系。

2.3 样品的测定: 取两头尖于 60℃ 烘干 24 h, 粉碎过 60 目筛。精密称取 10 种不同产地采集的两头尖样品各 1.5 g, 分别置于索氏提取器中, 加甲醇回流提取 4 h, 提取液浓缩至干, 残渣加少量水溶解, 用乙醚萃取 4 次, 乙醚层用水洗 3 次, 合并水层, 再用水饱和的正丁醇萃取 5 次, 合并正丁醇层, 减压浓缩至干。残渣用甲醇溶解, 定容于 10 mL 容量瓶中, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 吸取 5 μL 进样测定,

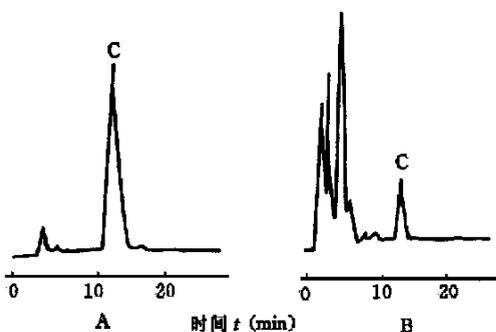
* Address: Li Yong, Department of Chinese Materia Medica, Changchun College of Traditional Chinese Medicine, Changchun

△国家“九·五”攻关项目“中药材质量标准规范化研究”资助项目

结果见表 1和图 1

表 1 10个两头尖样品产地、采集时间和皂苷 D的含量

产地	采集时间 (1997年)	平均含量 (%)	RSD (%)
吉林左家	05-11	0.318 4	1.32
吉林靖宇	05-13	0.320 6	2.67
吉林桦甸	05-15	0.324 9	3.97
吉林天岗	05-12	0.328 4	2.73
黑龙江阿城	05-15	0.352 7	3.39
黑龙江一面坡	05-14	0.355 2	4.41
黑龙江亚伯利	05-07	0.357 3	3.89
辽宁凤坡	05-08	0.280 2	4.37
辽宁清原	05-06	0.281 2	2.52
山东崑崙山	05-04	0.219 6	4.55



A标准品 B两头尖样品 C-皂苷 D

图 1 两头尖皂苷 D和两头尖样品 HPLC图

2.4 加样回收率试验:精密称取已知皂苷 D含量的吉林省桦甸产两头尖样品粉末 1.5 g 3份,分别精密加入皂苷 D对照品 5 mg,按照样品测定项下方法进行处理,残渣用甲醇定容于 5 mL容量瓶中,用

0.45 μm微孔滤膜过滤后,测定,计算回收率,结果平均回收率: 100.41%, RSD= 0.83%。

2.5 精密密度试验:在上述色谱条件下,对同一浓度的对照品溶液连续 5次进样,得峰面积 X为 6 462, RSD为 2.06%。

2.6 重现性试验:按照样品测定方法,对桦甸产两头尖样品进行 5次平行试验,皂苷 D的含量 RSD为 1.68%。

2.7 稳定性试验:在室温条件下,将样品溶液在 1, 2, 3, 4, 12, 24 h进样测定,含量不变,说明样品溶液在 24 h内稳定

3 讨论

3.1 我们曾对两头尖药材进行冷浸、渗漉、加热回流等提取方法的比较试验研究,结果以索氏提取器加热回流提取测得的两头尖皂苷 D含量最高。

3.2 中药两头尖产于吉林、黑龙江、辽宁和山东四省,对我国四省产两头尖中皂苷 D含量测定的结果表明,上述四省分布的两头尖有从南向北依次增高的趋势,这一结果是否与气候、土壤等因素的影响有关,有待进一步深入研究。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典(一部). 广州: 广东科技出版社, 1995 143
- 2 刘大有,等. 中草药, 1984, 15(4): 34
- 3 刘大有,等. 长春中医学院学报, 1987, 2(3): 58
- 4 Wang Benxiang, et al. J Traditional Chinese Medicine, 1985, 5 (1): 61

(1999-04-05收稿)

施康复颗粒剂(II)中苦参碱的含量测定

湖南省药品检验所(长沙 410001) 李瑞莲* 苏健俊

摘要 用薄层扫描法测定施康复颗粒剂(II)中苦参碱的含量。用甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(20:20:3:1)为展开剂,在硅胶 G薄层板上分离苦参碱,以改良碘化铋钾为显色剂,采用双波长反射法锯齿扫描测定其含量, λ_S= 515 nm, λ_R= 650 nm,结果表明,苦参碱在 2.328~ 6.984 μg范围内呈线性关系,回归方程为 Y= 2886.06X - 2066.96, r= 0.9980 加样回收率为 97.7%, RSD= 2.3%。本法简便、快速。

关键词 施康复颗粒剂(II) 苦参碱 含量测定 薄层扫描法

Quantitative Analysis of Matrine in Shikangfu Granules II

Hunan Institute for Drug Control (Changsha 410001) Li Ruilian and Su Jianjun

Abstract A TLC method for the quantitation of matrine in Shikangfu granules II was described. A mixed solvent of toluene-acetone-ethanol-concentrated ammonia solution (20:20:3:1) was employed as the developer, and detected at 515 nm. Colour developing agent was modified bismuth potassium iodide. Re-

* Address Li Ruilian, Hunan Institute for Drug Control, Changsha

李瑞莲 1987年毕业于中国药科大学药系,主管药师,主要从事药品检验及中药新药的研究工作。参加中药三类新药研究工作 6项,中药四类新药研究工作 10项,均主持药学部分的研究开发,并均获批文投产。起草药典品种 5项。