

## HPLC-ELSD 法测定川麦冬中麦冬皂苷 D 的含量

姚令文, 王钢力, 王 峰, 林瑞超\*

(中国药品生物制品检定所, 北京 100050)

麦冬为百合科沿阶草属 (*Ophiopogon Ker-Gawl.*) 植物麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L.f.) Ker-Gawl. 的干燥块根。始载于《神农本草经》, 列为上品, 是历代本草和历版《中华人民共和国药典》收载的品种。常用于肺燥干咳、虚劳咳嗽、津伤口渴等症。麦冬主要含糖类、皂苷、黄酮等化合物, 皂苷类成分是其防治心血管疾病的重要物质基础。由于皂苷为一类极性较大, 结构复杂的化合物, 无紫外吸收, 再加上麦冬皂苷测定经常受糖的干扰, 若采用紫外检测法, 因为是末端吸收, 因此灵敏度低, 且有干扰峰, 测定非常困难。笔者选择蒸发光散射检测器 (ELSD) 作为检测手段, 利用 HPLC 法测定麦冬中皂苷的含量, 达到了满意的结果。

### 1 仪器和试剂

仪器 Waters LC1525 高效液相色谱仪, SED-DEX75 蒸发光散射检测器。川麦冬购于四川, 经张继副主任药师鉴定为麦冬 *O. japonicus* (L.f.) Ker-Gawl.。麦冬皂苷 D 对照品 (自制, 波谱解析确定结构, 归一化法计算纯度为 99.3%)。试剂为色谱用乙腈, 其他均为分析纯, 水为双蒸水。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: A lltima C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 漂移管温度 100 °C, 气体流量 2.9 L/min; 流动相为乙腈-水 (49 : 51); 体积流量: 1.0 mL/min; 柱温: 30 °C。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取麦冬皂苷 D 对照品适量, 加甲醇制成 1.23 mg/mL 的溶液, 即得。精密量取对照品溶液 0.4、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。分别精密吸取 20 μL 注入液相色谱仪, 用蒸发光散射检测器进行检测, 测定峰面积, 以峰面积的对数值为纵坐标, 进样质量的对数值为横坐标, 绘制标准曲线。Y = 1.4915 X + 3.258, r = 0.9998, 结果表明麦冬皂苷 D 在 0.984~24.60 μg 峰面积对数值与进

样质量对数值有良好的线性关系。对照品及川麦冬药材的色谱图见图 1。

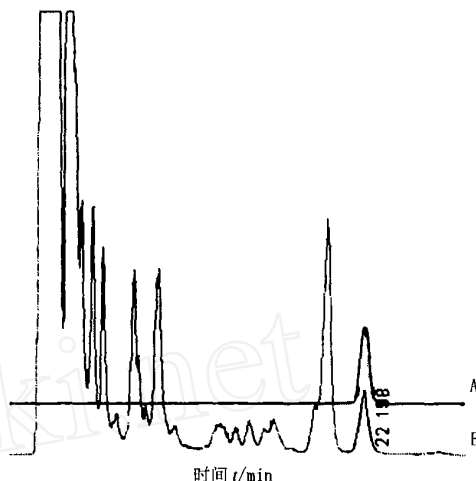


图 1 麦冬皂苷 D 对照品 (A) 和麦冬药材 (B) HPLC-ELSD 图

Fig. 1 HPLC-ELSD chromatogram of ophiopogonin D (A) and sample of *O. japonicus* (B)

2.3 精密度试验: 取同一供试品溶液, 重复进样 6 次, 每次 20 μL, 麦冬皂苷 D 峰面积的 RSD 为 1.08%。表明仪器精密度良好。

2.4 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 间隔一定时间测定 1 次, 共测 24 h, 麦冬皂苷 D 峰面积的 RSD 为 1.20% (n = 6)。实验结果表明: 供试品中麦冬皂苷 D 在 24 h 内含量稳定。

2.5 重现性试验: 取同批号样品 5 份, 按川麦冬药材测定项下方法提取, 测定, 计算, 该批样品中麦冬皂苷 D 的平均质量分数为 0.0093%, RSD = 2.20% (n = 5)。

2.6 加样回收率试验: 取已知含量的麦冬 (川) 药材 (0.0093%) 粗粉 9 份, 每份约 5 g, 精密称定, 分别加入麦冬皂苷 D 溶液 (0.492 mg/mL) 0.8、1.0 和 1.2 mL, 按样品测定项下处理并测定, 计算。回收率为 98.45%, RSD = 1.29% (n = 9)。

\* 收稿日期: 2004-03-12

作者简介: 姚令文 (1975—), 男, 硕士, 研究方向为中草药有效成分及中药质量控制研究。

Tel: (010) 67017755-314 E-mail: haode0864@sina.com

\* 通讯作者

2.7 样品测定: 精密称取麦冬皂苷 D 对照品适量, 加甲醇制成含 0.5 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。取川麦冬药材 60 干燥 8 h, 研成粗粉, 混匀, 取粗粉约 10 g, 精密称定, 置 200 mL 具塞三角瓶中, 精密加入甲醇 100 mL, 密塞, 称重, 热水回流 2 h, 放冷, 再称重, 用甲醇补足减失质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 50 mL, 减压回收甲醇至干, 残渣加水 25 mL 使溶解, 转移至分液漏斗中, 用水饱和的正丁醇提取 4 次 (20、20、15、15 mL), 合并正丁醇提取液, 用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次, 每次 5 mL, 弃去水层, 提取液减压回收正丁醇, 残渣加甲醇使溶解, 转移至 1 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液 40  $\mu$ L, 供试品溶液 20  $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 测定, 用外标两点法对数方程计算麦冬皂苷 D 的含量, 结果显示川麦冬中麦冬皂苷 D 的质量分数在 0.004 6%~0.010 3% ( $n=20$ )。

### 3 讨论

3.1 实验比较了甲醇、乙醇和水等提取溶剂, 甲醇的提取效率较完全, 故选择甲醇作为麦冬药材的提取溶剂。对样品提取时间进行考察, 试验结果表明样品用甲醇热回流 2 h, 可将麦冬皂苷 D 提取完全。

3.2 实验比较了安捷伦、汉邦 A lltima C<sub>18</sub> 色谱柱, A lltima C<sub>18</sub> 色谱柱分离效果较好, 故选择此柱作为本实验的色谱分离柱。同时还比较了在不同漂移管温度与载气压力下峰面积的大小、基线漂移、噪音的大小, 发现在漂移管 100 , 载气压力 2.9 L /m in 的条件下, 峰形较好, 噪音较低, 峰面积不再增长, 故选择该条件进行实验。

3.3 由于实验条件所限, 本实验没有考察在不同高效液相色谱仪、不同蒸发光散射检测器上的分离和检测效果。

3.4 采用建立的方法测定了 20 批川麦冬中麦冬皂苷 D 的含量, 质量分数范围在 0.004 6%~0.010 3%。不同产地的川麦冬在含量上并没有因为地区不同而有太大差异。

### References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol I. 2000.
- [2] Wu T, Yu B Y, Chen Z H, et al. Quantitative detemination of the main saponin content in Hubei liriopse by HPLC-ELSD [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(3): 175-177.
- [3] Tang Y Q, Yu B Y, Xu D R, et al. Detemination of saponin in *Radix Ophiopogonis* by HPLC-ELSD [J]. *J China Pharm Univ* (中国药科大学学报), 2001, 32(4): 270-272.

## 欢迎订阅 2005 年《世界科学技术—中医药现代化》杂志

《世界科学技术—中医药现代化》是在科技部农村与社会发展司、国家中药管理局科教司、中科院生命科学与生物技术局指导下, 于 1999 年创办的国家级学术刊物, 旨在推动中医药现代化在理论、技术、标准和市场方面取得突破, 从而形成生命科学领域内由中国领先的学科和产业。

本刊内容涉及:

- 介绍国家有关中医药现代化发展的战略布局、相关政策及政府行为, 从政府部门的角度, 结合权威统计数据加以战略分析、趋势分析、引导和推动我国中医药现代化事业的发展。
- 深入揭示各个学科在中医药现代化研究中的交叉和应用, 揭示传统中医药学与现代科学的内在联系, 以及前沿性和面向未来的研究主题, 探讨中医理论的科学特点及其现代化、数字化。
- 深入探讨企业的工业工程技术、工艺过程与质量控制、工程智能化和企业信息化建设等问题。
- 多角度分析专利、技术标准对中医药现代化的重要影响, 提高人们知识产权的创造、保护和运用能力; 多层次介绍医药资本市场的成功经验, 提高人们投资融资的驾驭能力。

本刊为双月刊, 2005 年全年订价 144 元。国际标准刊号: ISSN 1003-1898, 国内统一刊号: CN 11-1733/N, 欢迎单位和个人在当地邮局 (邮发代号: 2-534) 或本刊编辑部订阅。编辑部尚存部分 1999-2003 年合订本, 216 元/本, 1999—2003 年过往散刊若干 12 元/册 (含邮费), 欢迎补购。

邮局汇款

邮 编: 100080

单 位: 世界科学技术杂志社

地 址: 北京 8712 信箱

联系电话: (010) 62616352 (010) 62652762

联系人: 郭 静 刘 萍

银行汇款

开 户 行: 中国农业银行北京市海东支行

帐 号: 250101040004668

帐 户: 世界科学技术杂志社

传 真: (010) 62652762

E-mail: wst@mail.casipm.ac.cn