

落新妇根药材中岩白菜素定性定量方法研究

来平凡¹, 蒋士鹏¹, 杨一令¹, 吴人杰² (1. 浙江中医药大学, 杭州 310053; 2. 湖州市药品检验所, 浙江 湖州 313000)

摘要:目的 对落新妇根中岩白菜素的鉴别及含量测定方法进行研究。方法 采用薄层色谱法对落新妇根中的岩白菜素进行鉴别, 采用高效液相色谱法测定落新妇根中岩白菜素的含量。结果 薄层斑点清晰, 重现性好; 岩白菜素选定浓度 $0.025 \sim 0.25 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内线性关系良好, 回归方程为: $Y = 28\,159X + 50\,585$, $r = 0.999\,9$, 回收率为 99.16% (RSD为 2.0%)。结论 定性鉴别简便快速, 专属性强; 定量分析灵敏准确、重复性好, 为落新妇根的质控提供了可靠的方法。

关键词: 落新妇根; 岩白菜素; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

中图分类号: R931.6 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2008)03-0200-03

Methodology Study on Qualitative and Quantitative Analysis of Bergenin in Chinese Astilbe Rhizome

LAI Ping-fan¹, JIANG Shi-peng¹, YANG Yi-ling¹, WU Ren-jie² (1. Zhejiang Chinese Medical University, Hangzhou 310053, China; 2. Huzhou Institute for Drug Control, Huzhou 313000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the identification and determination of Bergenin in Chinese astilbe rhizome. **METHODS** Bergenin in Chinese astilbe rhizome was identified by TLC, and the content of Bergenin was determined by HPLC. **RESULTS** Spots were clear with good recurrence; The linear range of Bergenin was $0.025 - 0.25 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, and the regression equation was $Y = 28\,159X + 50\,585$, $r = 0.999\,9$ with the recovery 99.16% (RSD 2.0%). **CONCLUSION** The study offered a credible method for quality of Chinese astilbe rhizome. The qualitative identification method was simple and effective with high specificity. The quantitative analysis method was sensitive, exact and had good recurrence.

KEY WORDS: Chinese astilbe rhizome; Bergenin; TLC; HPLC

基金项目: 浙江省教育厅资助项目 (961122)

作者简介: 来平凡, 男, 硕士, 教授 Tel: (0571) 86613547 E-mail: pff6102@163.com

落新妇根系虎耳草科植物落新妇 *Astilbe chinensis* (Maxim.) Franch. et Sav.的根茎。其味辛、苦,性温。有散瘀止痛、祛风除湿、清热解毒、止咳祛痰的作用。民间应用广泛,用于治疗跌打损伤、风湿性关节炎、风热感冒、毒蛇咬伤等^[1-4]。据文献报道^[5-6],岩白菜素既是落新妇根的主要化学成分,也是其有效成分。为了保证药材质量、保障用药安全有效,故笔者以岩白菜素为对照品,采用薄层色谱法(TLC)和高效液相色谱法(HPLC)对落新妇根进行质量控制研究,为准确评价药材质量提供了科学依据。

1 仪器、试剂与药材

美国 Waters 科技公司 HPLC(501 × 5.5/484/U6k × 7725);HS 色谱数据 V4.0 + 工作站;AG245 型电子分析天平(瑞士 METTLER 公司);CQ-250 型超声清洗器(上海超声波仪器厂)。

硅胶 G-0.5% CMC-Na(青岛海洋化工厂);岩白菜素对照品(中国药品生物制品检定所);水为纯化水,甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

落新妇根药材由富阳肿瘤医院提供,并经浙江中医药大学药学院中药资源与鉴定教研室来平凡教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

取 3 批落新妇根粉末各 1 g,分别置带塞试管中,各加甲醇 10 mL 浸泡过夜,滤过,取滤液适量作为样品溶液。另取岩白菜素对照品,加甲醇配成 0.5 mg·mL⁻¹ 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法^[7]试验,吸取上述 2 种溶液各 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇(5:4:2)为展开剂,展至 11 cm,取出,晾干,喷以 1% 三氯化铁-1% 铁氰化钾(1:1)的混合溶液显色,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝色斑点。

2.2 含量测定

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取岩白菜素对照品 25 mg 置 100 mL 量瓶中,加 30% 甲醇至刻度,摇匀。再精取 25 mL 溶液至 100 mL 量瓶中,加 30% 甲醇至刻度,摇匀,作对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取样品粉末(过筛孔内径为 355 μm 的药筛),精密称取 0.1 g,置 50 mL 量瓶中,加 30% 甲醇 30 mL 超声 30 min,放冷,加 30% 甲醇至刻度,摇匀后弃初滤液,收集续滤液,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,即得。

2.2.3 色谱条件 色谱柱:Shim-Pack VP-ODS C₁₈(4.6 mm × 150 mm, 5 μm)(日本岛津公司);检测器:Waters 484 型紫外-可见分光光度检测器(美国 Waters 科技公司);流动相:甲醇-水(20:80);流速:1.0 mL·min⁻¹;检测波长 275 nm;柱温:室温(25℃);进样量:20 μL。

2.2.4 线性关系考察 精取岩白菜素溶液(25 mg → 100 mL)1, 2, 4, 8, 10 mL 置 10 mL 量瓶中,加 30% 甲醇至刻度,分别精密吸取上述各溶液 20 μL,注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件依次进行测定,以峰面积(Y)为纵坐标,以岩白菜素

对照品浓度(X)为横坐标,绘制标准曲线,经计算得回归方程:Y=28 159X+50 585, r=0.999 9。结果表明岩白菜素在选定浓度范围(0.025~0.25 mg·mL⁻¹)内,呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液,重复进样 5 次,岩白菜素峰面积的 RSD 为 0.4%。

2.2.6 稳定性考察 取供试品溶液,分别于 0, 3, 6, 9, 12 h 进样,结果表明,供试品溶液中岩白菜素在 12 h 内稳定。

2.2.7 重复性实验 取同一批药材样品 5 份,按供试品溶液制备方法制备 5 份供试品溶液,分别进行测定,结果岩白菜素的 RSD 为 1.29%。

2.2.8 加样回收率试验 精密称取已测知含量药材样品 5 份,分别加入岩白菜素对照品 1 mg,按供试品溶液制备方法制备回收率供试品溶液,测定结果见表 1。

表 1 岩白菜素加样回收试验结果

Tab 1 Results of recovery experiments

样品称样量 /g	添加量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.126 9	1.00	8.849 5	96.65		
0.130 7	1.00	9.108 1	98.90		
0.129 2	1.00	9.034 9	100.89	99.16	2.00
0.138 9	1.10	9.706 3	97.99		
0.151 9	1.00	10.450 0	101.39		

注:样品含量为 6.21%

Note: Content of Bergenin is 6.21%

2.2.9 样品含量的测定 分别精密称取三批样品各 0.1 g,按供试品溶液制备方法制成供试品溶液,分别进样测定,结果见表 2。

表 2 含量测定结果(n=3)

Tab 2 Results of determining the content of Bergenin(n=3)

样品号	岩白菜素含量 /%
1	5.83
2	5.69
3	6.21

3 讨论

3.1 在岩白菜素含量测定实验中,根据文献报道,选择比较了 30% 乙醇、60% 乙醇、95% 乙醇、30% 甲醇、60% 甲醇、甲醇为提取溶剂,实验结果表明,以 30% 甲醇为溶剂提取的岩白菜素的含量最高。

3.2 实验结果表明,本研究采用的薄层色谱鉴别方法简便可靠,重复性好。在含量测定的色谱条件下,岩白菜素与其他组分能够达到较好的分离,精密度、线性关系、重复性、回收率数据均符合定量要求,为落新妇根的质量控制提供了可借鉴的定性定量方法。

REFERENCES

- [1] Zhejiang Province Health Department Zhejiang Province the Processing Standard of the Traditional Chinese Medicine(浙江省中药炮制规范)[M]. Hangzhou: Zhejiang Scientific and Technical Publishers, 1994: 453.

- [2] PAN J T. The research of Chinese astilbe generic in china[J]. the journal of plant taxonomy(植物分类学报), 1985, 23(6): 432.
- [3] CHEN L SH. The Outline of Xinhua Materia Medica(新华本草纲要) [M]. volum n 3. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1990: 64.
- [4] Jiangsu New Medical College. The macro-lexicon of Chinese materia medica(中药大辞典) [M]. the last volume. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1977: 2324.
- [5] CHEN P F, LAI P F, ZHANG P, *et al.* A research on the anti-tumor effects of heiji(Radix Astilbes Chinensis) [J]. China J Chin Mater Med(中国中药杂志), 1996, 21(5): 302.
- [6] 湖南省中医药研究所. Hunan province institute of Chinese materia medica[J]. The Report of Chinese Herbal Medicine(中草药通讯), 1973, (1): 29.
- [7] Ch. P(2005) VolI (中国药典 2005年版.一部) [S]. 2005: Appendix VI B.
- [8] WANG G, MA B J. Advance of the bergenin[J]. J Anhui Tradit Chin Med Coll(安徽中医学院学报), 2002, 21(6): 59.

收稿日期: 2007-07-20