

HPLC 法测定不同产地党参药材中党参炔苷的含量

时军¹, 马方励², 廖华卫¹, 梁培华¹

(1. 广东药学院 中药学院 广东 广州 510006; 2. 无限极(中国)有限公司 广东 广州 510665)

摘要: 目的 测定不同产地党参药材中党参炔苷的含量, 比较不同产地、不同规格党参的质量。方法 采用 HPLC 法, 色谱柱为 Diamonsil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm 5 μm) 柱, 流动相为乙腈-水(体积比 25:75), 检测波长为 268 nm, 进样量 20 μL。结果 党参炔苷在 0.008 5 ~ 0.425 mg/mL ($r = 0.999\ 5$) 范围内与峰面积呈良好线性关系, 精密度良好, 平均回收率 101.4%。测定了 9 种党参药材中党参炔苷的含量, 含量范围为 0.187 ~ 1.174 mg/g。结论 该方法准确可行、重复性好, 可用于党参药材的质量评价。

关键词: 党参; 党参炔苷; 高效液相色谱法

中图分类号: R 284.1 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1006-8783.2011.01.013

文章编号: 1006-8783(2011)01-0051-03

Determination of lobetyolin in *Radix Codonopsis* from different origins by HPLC

SHI Jun¹, MA Fang-li², LIAO Hua-wei¹, LIANG Pei-hua¹

(1. School of Traditional Chinese Medicine, Guangdong Pharmaceutical College, Guangzhou, Guangdong 510006, China; 2. Infinitus (China) Company Ltd., Guangzhou, Guangdong 510665, China)

Abstract: Objective To determine the content of lobetyolin in *Radix Codonopsis* from different regions by HPLC. **Methods** HPLC was carried out on Diamonsil C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm 5 μm) with the mobile phase acetonitrile-water (25:75) and the UV detector was set at 268 nm. The injection volume was 20 μL.

Results The calibration curve was linear in the range of 0.008 5 ~ 0.425 mg/mL ($r = 0.999\ 5$) and the average recovery rate was 101.4%. The contents of lobetyolin in *Radix Codonopsis* from 9 origins were varied between 0.187 mg/g and 1.174 mg/g. **Conclusion** The method is simple, rapid and reproducible, which can be used for the quality control of *Radix Codonopsis*.

Key words: *Radix Codonopsis*; lobetyolin; HPLC

党参为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.、素花党参 *Codonopsis pilosula* Nannf. var. *modesta* (Nannf.) L. T. Shen 或川党参 *Codonopsis tangshen* Oliv. 的干燥根, 主产于山西、甘肃、四川、云南、湖北等地。其味甘性平, 入脾、肺二经, 具有补中益气、生津和胃之功效^[1]。近年来, 党参广泛用于治疗冠心病、高血压、高血脂、低血压病和功能性子宫出血等, 作为药食同源的中药, 党参在保健食品方面亦有很广的应用^[2]。不同产地、规格的党参药材质量差异较大, 故有必要对党参药材的质量进行评价。然而现行的 2010 版《中华人民共和国

药典》“党参”项下只有显微鉴别和薄层鉴别, 缺乏定量的评价方法^[3]。笔者采集国内市场上常见的党参药材品种, 采用 HPLC 法测定其中党参炔苷的含量, 比较不同产地、不同规格党参药材的质量差别, 以期对党参药材的质量评价及应用提供科学参考^[4-5]。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Dionex 型高效液相色谱系统 (P680 型泵, PDA-100 型检测器, ASI-100 自动进样器; 美国戴安),

收稿日期: 2010-12-03

作者简介: 时军 (1980 -), 男, 博士, 主要从事中药新剂型及新技术研究, 电话: 020-39352169, Email: shijun8008@163.com。

网络出版时间: 2011-01-21 16:21 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/44.1413.R.20110121.1621.013.html>

Diamonsil C_{18} (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m) 色谱柱, Sartorius BS110S 万分之一天平(北京赛多利斯天平有限公司), Agilent3300 紫外-可见分光光度计(美国安捷伦), DK-S24 电热恒温水浴锅(上海精宏), 101-3A 电热恒温鼓风烘箱(上海迅能)。

1.2 试药

党参炔苷对照品(批号 1078-200912, 本草天工科技有限责任公司, 纯度 > 98%), 乙腈为色谱纯, 水为娃哈哈纯净水。

党参药材经广东药学院中药学院杨全副教授鉴定, 均为 2010 版《中华人民共和国药典》规定的党参正品。药材编号及来源见表 2。

2 方法与结果

2.1 检测波长的选择

取适量党参炔苷对照品, 加入甲醇制成一定质量浓度的对照品溶液, 以甲醇为空白, 用紫外-可见分光光度计于 190~400 nm 波长范围内进行波长扫描。扫描结果表明, 党参炔苷在 268 nm 附近有最大吸收, 故选定 268 nm 为检测波长。

2.2 对照品溶液的制备

取党参炔苷对照品 0.008 5 g, 精密称定, 置 10 mL 容量瓶中, 加色谱甲醇溶解并定容, 即得。

2.3 供试品溶液的制备

取党参药材 60 $^{\circ}$ C 烘 2 h, 粉碎成粗粉(20 目)。取 1~2 g, 精密称定, 加入甲醇 50 mL 加热回流 2 h, 滤过, 滤渣再加入甲醇 30 mL 热回流 1.5 h, 合并滤液, 70 $^{\circ}$ C 水浴蒸干, 甲醇定容至 10 mL, 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4 色谱条件 色谱柱为 Diamonsil C_{18} (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m) 柱; 流动相为乙腈-水(体积比 25:75); 流速为 1.0 mL/min; 检测波长为 268 nm; 进样量为 20 μ L。理论塔板数以党参炔苷计不低于 3 000。党参炔苷对照品与供试品溶液色谱图见图 1。

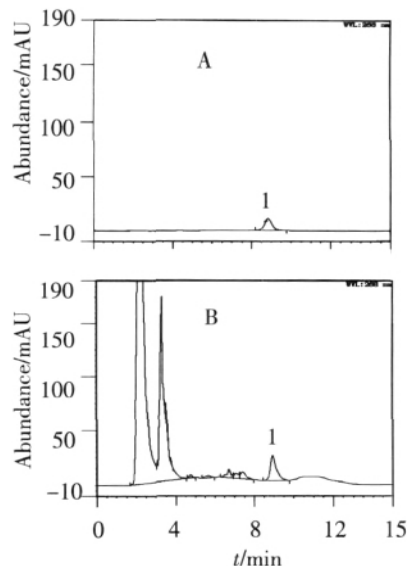
2.5 标准曲线的制备

分别精密吸取党参炔苷对照品溶液 0.01、0.02、0.03、0.04、0.05、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mL, 置 1 mL 容量瓶中, 加色谱甲醇稀释并定容, 得质量浓度分别为 8.5、17、25.5、34、42.5、85、170、255、340、425 μ g/mL 的系列对照品溶液。精密吸取上述各对照品溶液 20 μ L, 分别进样 2 次, 测定峰面积。以对照品质量浓度(ρ)为横坐标, 峰面积(A)为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $A = 0.1241\rho - 0.7691$ $r = 0.9995$, 党参炔苷在 0.008 5~0.425

mg/mL 范围内与峰面积呈良好线性关系。

2.6 精密度试验

分别取质量浓度为 85、42.5、25.5 μ g/mL 的对照品溶液, 各连续进样 5 次, 依法测定, 记录峰面积。高、中、低质量浓度对照品溶液峰面积 RSD 值分别为 1.70%、0.34%、1.38%, 表明仪器精密度良好。



1. 党参炔苷

A. 党参炔苷对照品溶液; B. 供试品溶液

图 1 党参的 HPLC 图

Figure 1 HPLC chromatograms of lobetyolin

2.7 重复性试验

取同一批号(第 3 批)党参药材 5 份, 按“2.3”项下方法平行制备 5 份供试品溶液, 各精密吸取 20 μ L, 注入液相色谱仪, 依法测定, 党参炔苷含量的 RSD 为 3.84%, 表明该方法重复性良好。

2.8 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液(第 3 批), 分别在 1、4、8、12、16、20 h 精密吸取 20 μ L 注入液相色谱仪, 依法测定, 峰面积 RSD 为 2.19%。表明供试品溶液在 20 h 内基本稳定。

2.9 加样回收率试验

取已知含量的党参药材(第 3 批) 9 份, 每份 0.2 g, 精密称定, 分别加入质量浓度为 850 μ g/mL 的对照品溶液适量, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 分别进样 20 μ L, 依法测定, 计算回收率。结果见表 1。

2.10 样品测定

取各产地规格党参药材 1~2 g, 精密称定, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 分别进样 20 μ L, 依法测定, 计算含量, 结果见表 2。

表 1 加样回收率测定结果
Table 1 Results of the recovery test(*n* = 3)

序号	样品中的量 <i>m</i> /μg	加入量 <i>m</i> /μg	测得量 <i>m</i> /μg	回收率 /%	平均回收率 /%	<i>RSD</i> /%
1	165.7	255	432.4	104.6	101.4	3.54
2	172.7	255	417.9	96.17		
3	189.5	255	455.8	104.4		
4	169.1	170	341.3	101.3		
5	166.7	170	340.4	102.1		
6	172.7	170	337.7	97.03		
7	181.3	85	264.3	97.65		
8	166.3	85	255.3	104.7		
9	160.2	85	249.4	104.9		

表 2 党参药材来源及含量测定结果
Table 2 Contents of lobetyolin in *Radix Codonopsis* from different origins(*n* = 3)

批号	来源	产地	规格	收集时间	<i>w</i> _{党参炔苷} / (mg · g ⁻¹)	<i>RSD</i> /%
1	广东广州清平药材市场	甘肃岷县	个子货 大条	2009 年 11 月	1.174 ± 0.055	43.32
2	广东广州清平药材市场	甘肃岷县	个子货 中条	2009 年 11 月	1.091 ± 0.079	
3	广东广州清平药材市场	甘肃岷县	个子货 小条	2009 年 11 月	0.856 ± 0.006	
4	广东广州清平药材市场	甘肃岷县	统装货 未熏硫磺	2009 年 11 月	0.858 ± 0.023	
5	安徽亳州药材市场	甘肃渭源	统装货	2010 年 3 月	1.067 ± 0.021	
6	安徽亳州药材市场	内蒙古喀喇沁旗	统装货	2010 年 3 月	0.508 ± 0.036	
7	安徽巢湖归然饮片厂	贵州毕节	统装货	2010 年 3 月	0.412 ± 0.004	
8	安徽巢湖归然饮片厂	云南福贡	统装货	2010 年 3 月	0.187 ± 0.002	
9	安徽巢湖归然饮片厂	湖北恩施	统装货	2010 年 3 月	0.893 ± 0.007	

3 讨论

3.1 本文应用 HPLC 法测定不同产地党参药材中党参炔苷的含量 ,含量测定结果在 0.187 ~ 1.174 mg/g 范围。所测不同产地党参药材中党参炔苷的含量差异较大 ,产于甘肃和湖北的党参(栽培)品种含量较高 ,表明产地对党参的品质具有较大影响。

3.2 党参的道地产地为山西长治、潞州及上党一带 ,但市场上此产地的党参货源很少。本试验选取的 9 批党参为市场上常见品种 ,其中产地为甘肃的党参药材最为常见。

3.3 在确定提取条件时 ,曾分别采用了水浴回流提取、超声提取、索氏提取、冷浸提取等提取方法进行比较 ,结果表明以甲醇水浴回流提取党参炔苷含量

最高 ,最终选择此法。

参考文献:

[1] 焦红军. 党参的药理作用及其临床应用 [J]. 临床医学 , 2005 ,25(4) : 89 - 92.

[2] 李黎星 ,康杰芳. 中药党参的研究进展 [J]. 现代生物医学进展 ,2009 ,9(12) : 2371 - 2373.

[3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2010 年版一部 [M]. 北京: 中国医药科技出版社 ,2010: 264.

[4] 孙庆文 ,黄敏 ,何顺志. 高效液相色谱法测定土党参中党参炔苷的含量 [J]. 时珍国医国药 ,2009 ,20(1) : 120 - 123.

[5] 贺庆 ,朱恩圆 ,王峥涛 ,等. 党参中党参炔苷 HPLC 分析 [J]. 中国药学杂志 ,2005 ,40(1) : 56 - 58.

(责任编辑: 刘晓涵)