

云南不同产地夜交藤中的二苯乙烯苷的含量测定^{*}

薛咏梅, 孙 贇, 王文静, 饶高雄[△]

(云南中医学院中药学院, 云南昆明 650500)

〔摘 要〕目的: 测定云南不同产地夜交藤药材中 2, 3, 5, 4' - 四羟基二苯乙烯 - O - β - D - 葡萄糖苷 (TSG) 的含量, 为其药材质量评价提供基础数据。方法: 以 95% 乙醇回流提取夜交藤药材中 TSG, 用 HPLC 法测定其含量。结果: 云南不同产地夜交藤药材中 TSG 含量在未检测到 1.508% 之间, 各产地药材含量差异较大。结论: 测定结果为客观评价云南产夜交藤药材的质量提供了基础数据, 结果表明云南不同产地夜交藤药材的质量差别较大, 部分药材样品未达到《中国药典》规定的含量限度, 在使用中应加强夜交藤药材的质量管理。

〔关键词〕夜交藤; 2, 3, 5, 4' - 四羟基二苯乙烯 - O - β - D - 葡萄糖苷; 含量测定; 质量评价

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1000—2723(2012)02—0018—03

蓼科植物何首乌 (*Polygonum multiflorum* Thunb.) 是我国常用中药, 其块根称“何首乌”, 具有解毒、消痈、截疟、润肠通便的功效, 用于疮痈, 风疹瘙痒, 久疟体虚, 肠燥便秘。而其藤茎称“夜交藤”或“首乌藤”, 具有养血安神, 祛风通络的功效, 用于失眠多梦, 血虚身痛, 风湿痹痛, 皮肤瘙痒。二者均为《中国药典》收载。在药材质量控制方面, 《中国药典》2010 年版均以测定化学成分 2, 3, 5, 4' - 四羟基二苯乙烯 - O - β - D - 葡萄糖苷 (2, 3, 5, 4' - tetrahydroxy stilbene - O - β - D - glucoside, TSG) 的含量作为药材质量控制指标, 规定何首乌药材含 TSG 不得少于 1.0%^[1], 首乌藤药材含 TSG 不得少于 0.2%^[2]。

云南有丰富的何首乌药物资源, 是何首乌、夜交藤药材的主要产区之一, 我们曾系统分析比较过云南不同产地何首乌中 TSG 等成分的含量^[3~4]。为进一步考察和客观评价云南各地所产夜交藤药材的质量, 保证临床用药安全有效, 我们从云南省内 12 个夜交藤药材主产地采集了 13 份夜交藤药材样品, 从昆明市内医院或药店收集了 8 份夜交藤药材市场销售样品 (均为云南省产, 但具体产地不详), 并对上述夜交藤药材中 TSG 的含量进行了测

定与比较。

1 仪器及色谱条件

Dionex U3000 液相色谱仪, Chromeleon 色谱工作站; Phenomenex Luna C18 色谱柱 (150x4.6mm, 5 μ m), 以乙腈 - 水 (15:85) 为流动相, 流速 1.0ml/min, 检测波长 320nm, 进样量 5~10 μ l。

2 实验材料及试剂

夜交藤药材采集于云南省内 12 个夜交藤药材主产地 (共 13 份样品, 其中在产量较大的主产区宣威市区域内采集了不同乡镇的 2 份样品) 和购于昆明市内医院或药店 (8 份), 经云南中医学院中药鉴定教研室游春高级实验师鉴定为蓼科植物何首乌 (*Polygonum multiflorum* Thunb.) 的干燥藤茎; 药材样品粉碎过 40 目筛, 于 60℃ 干燥 4h 后置干燥器中备用。TSG 对照品购于中国药品及生物制品检定所 (编号 0844 - 200902, 供含量测定用), 提取用试剂均为分析纯, 流动相用色谱纯, 水用反渗透纯化水。

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备

准确称取 TSG 对照品适量, 加甲醇溶解并定容于 50mL 量瓶中, 制成浓度为 20.16 μ g/mL 的对

* 基金项目: 云南省教育厅科学研究基金项目 (NO: 2006Y354C)

收稿日期: 2012—02—13 修回日期: 2012—03—10

作者简介: 薛咏梅 (1978~), 女, 云南红河人, 实验师, 主要从事药物分析工作。△通讯作者: 饶高雄, E-mail: rao13987124569@qq.com.

照品溶液,备用。

3.2 供试品溶液的制备

参照文献[2]的方法进行了适当的改进,分别精密称取夜交藤药材粉末约1g,以不同浓度的甲醇或乙醇溶液50mL为溶剂,用回流或超声处理的方法,采用不同的参数条件进行提取方法的比较。结果表明,提取溶剂以95%乙醇效果最好,提取

方法以回流1h最佳,故确定提取方法为:取夜交藤药材粉末约1g,精密称定,精密加入95%乙醇50mL,称定重量;加热回流1h,放冷,用95%乙醇补足减失的重量;滤过,精密量取续滤液25mL,减压蒸干;残渣精密加入10mL甲醇溶解,用0.22μm微孔滤膜过滤,即为供试品溶液。

表1 夜交藤药材中 TSG 含量测定的提取方法比较

提取溶剂	处理方法	TSG 含量/%	提取溶剂	处理方法	TSG 含量/%
50% 乙醇	回流 1h	0.5202	50% 甲醇	回流 1h	0.5983
50% 乙醇	回流 2h	0.4758	50% 甲醇	回流 2h	0.5193
95% 乙醇	回流 0.5 h	0.6128	甲醇	回流 1h	0.5597
95% 乙醇	回流 1h	0.6386	甲醇	回流 2h	0.5169
95% 乙醇	回流 2h	0.6344	95% 乙醇	超声 20min	0.5655
95% 乙醇	超声 40min	0.5228	95% 乙醇	超声 60min	0.5273

3.3 系统适应性试验

分别取 TSG 对照品、夜交藤供试品溶液注入色谱仪,记录色谱图(见图1、图2)。结果表明对照品峰保留时间适中,理论板数达10 000以上,拖尾因子1.02,重复进样峰面积RSD=0.9%(n=6),分析方法精密度良好。供试品中 TSG 峰理论板数达7 000以上,拖尾因子0.97,与相邻峰分离度大于1.5,重复进样峰面积RSD=1.7%(n=6),符合 HPLC 测定要求。

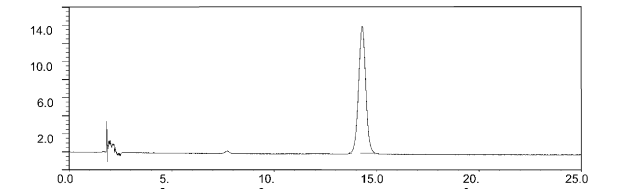


图1 TSG 对照品的 HPLC 图谱

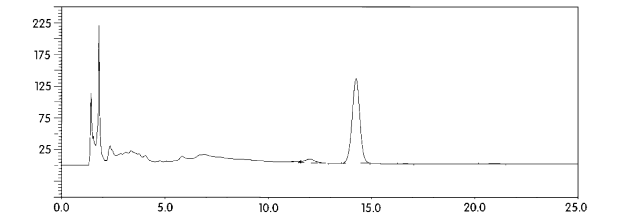


图2 夜交藤供试品的 HPLC 图谱

3.4 线性范围考察

分别吸取不同量的对照品溶液进样测定,以峰面积(Y)对进样量(X,μg)回归处理,得回归方程 $Y=0.0240X+0.048$, $r=0.9998$ (n=7),结果表明 TSG 进样量在0.0108~4.800μg之间时峰面积与进样量有良好的线性关系。

3.5 稳定性试验

分别吸取 TSG 对照品液、夜交藤药材供试品溶液,分别于0,2,4,8,12,24h进样测定。结果表明,TSG 对照品峰保留时间的RSD=0.7%(n=6),峰面积的RSD=2.4%(n=6);夜交藤药材供试液中 TSG 峰保留时间的RSD=1.3%(n=6),峰面积的RSD=2.3%(n=6)。对照品溶液和供试品溶液在24h之内稳定。

3.6 重现性试验

取夜交藤药材按3.2供试品溶液的制备方法,平行制备6份供试品溶液,进样测定,其吸收峰面积的RSD=1.2%(n=6),分析方法重现好。

3.7 回收率试验

取同一夜交藤药材9份,3份一组,分成3组,分别按照含量的80%,100%,120%在各组样品中定量加入对照品,平行处理制成样品溶液,测定总含量并计算回收率。结果表明,加样回收率在101.2%~104.3%之间,平均回收率为102.8%

(RSD = 0.4% , n = 9) , 分析方法准确可靠。

3.8 样品测定结果

对从云南省内十二个产地采集的 13 份夜交藤

药材样品, 以及 8 份市场销售的夜交藤药材样品按上述含量测定方法, 测定其 TSG 含量, 结果见表 2 (均折算为干燥品计算含量)。

表 2 云南不同产地夜交藤药材中 TSG 含量 (%)

编号	产地	含量	编号	产地	含量	编号	产地	含量
1	寻甸县	1.508	8	宣威市 B	0.053	15	市场 B	1.263
2	宣威市 A	0.687	9	禄劝县	0.040	16	市场 C	1.203
3	宜良县	0.321	10	丽江市	0.021	17	市场 D	1.200
4	安宁市	0.280	11	红河县	0.029	18	市场 E	1.165
5	建水县	0.098	12	昆明市	0.012	19	市场 F	0.903
6	思茅市	0.084	13	新平县	未检出	20	市场 G	0.178
7	澄江县	0.013	14	市场 A	1.451	21	市场 H	0.031

4 结果与讨论

《中国药典》2010 年版规定首乌藤（夜交藤）干燥品含 TSG 不得少于 0.2%。对云南各地产药材及市场销售品（表 2）测定结果表明，TSG 含量在未检出到 1.508% 之间，研究结果为评价云南产夜交藤药材的质量提供了实验数据。测定结果表明，云南不同产地夜交藤中 TSG 含量差异较大，在 TSG 含量这一限度指标上，仅有 48% 符合药典规定，而有 52% 未达到药典要求。按照现行《中国药典》对夜交藤药材质量标准的要求，云南产夜交藤药材质量的整体情况不容乐观，在使用中应加强该品种药材质量监管。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典（一部）[M]. 北京：化学工业出版社，2010：164.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典（一部）[M]. 北京：化学工业出版社，2010：248 - 249.

[3] 饶高雄，解奉江，王文静，等. 云南不同产地何首乌中二苯乙烯苷的 HPLC 测定 [J]. 云南中医学院学报，2004，27（3）：15 - 16.

[4] 薛咏梅，马莎，郎雪松，等. 云南不同产地何首乌中蒽醌的含量测定 [J]. 云南中医学院学报，2004，27（1）：42 - 43.

（编辑：迟 越）

Determination of 2,3,5,4' - Tetrahydroxy Stilbene - O - β - D - glucoside of Stems of *Polygonum multiflorum* Thunb. from Different Districts of Yunnan Province

XUE Yong - mei, SUN Yun, WANG Wen - jing, RAO Gao - xiong
(School of Pharmacy, Yunnan University of TCM, Kunming Yunnan 650500)

[ABSTRACT] Objective: The contents of 2,3,5,4' - tetrahydroxy stilbene - O - β - D - glucoside (TSG) in 21 samples of *Polygoni multiflori* Caulis from different districts of Yunnan Province. Methods: The HPLC was applied for the determination of the contents of TSG in samples. Results: The contents of TSG were in the range of 0% - 1.508%. Conclusion: The results showed that the contents of the samples from different districts in Yunnan Province were quiet different, and part of them were not up to the standard of Pharmacopoeia of the People's Republic of China, which providing the basic data of *Polygoni multiflori* Caulis from Yunnan Province. And the quality control of *Polygoni multiflori* Caulis should be strengthened.

[KEY WORDS] *Polygoni multiflori* Caulis; 2,3,5,4' - tetrahydroxy stilbene - O - β - D - glucoside; Content determination; quality evaluation