

菟丝草质量标准研究

沙拉麦提·艾力, 王亚丽 (新疆维吾尔自治区食品药品检验所, 乌鲁木齐 830004)

摘要 目的: 建立菟丝草质量标准。方法: 采用 TLC 法鉴别; 采用 HPLC 法测定菟丝草中金丝桃苷的含量, 色谱柱为 Agilent Eclipse TC-C18 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液 (17 : 83), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 柱温为 30 °C, 检测波长 360 nm。结果: TLC 色谱斑点清晰, 金丝桃苷在 2.568 ~ 206.4 μg·mL⁻¹ 范围内线性关系良好 ($r=0.9999$), 平均回收率为 100.18%, RSD 为 2.09% ($n=9$)。结论: 本方法准确、简便、灵敏度高, 能有效控制菟丝草药材的质量。

关键词: 菟丝草; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

中图分类号: R282.5 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2017)05-0501-05
doi:10.16153/j.1002-7777.2017.05.007

On Quality Standard of *Cuscuta Chinensis*

Salamaiti. Aili, Wang Yali (Xinjiang Uyghur Autonomus Region Institute for Food and Drug Control, Urumqi 830004, China)

Abstract Objective: To establish the quality standard of *Cuscuta chinensis*. **Methods:** The *cuscuta chinensis* was identified with the method of thin-layer chromatography (TLC), and the HPLC method was used to determine the contents of hyperoside in *Cuscuta chinensis* with an Agilent Eclipse TC-C18 column (250 mm×4.6 mm, 5 μm). The mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid (17 : 83), and the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. The detection wavelength was 360 nm, and the column temperature was 30 °C. **Results:** TLC spots were clear and well-separated. The calibration curve of hyperoside showed a good linear in the range of 2.568~206.4 μg·mL⁻¹ ($r=0.9999$) and the average recovery was 100.18% (RSD=2.09%, $n=9$). **Conclusion:** The method was accurate, simple, and sensitive, which could be used for the quality control of the *cuscuta chinensis*.

Keywords: *cuscuta chinensis*; quality standard; TLC; HPLC

菟丝草为维吾尔医常用药材, 为旋花科植物菟丝子 (*cuscuta chinensis lam.*) 及其同属植物的干燥地上部分。本品性质二级干热, 味辛。具清除异常黑胆质或黏液质, 散气通阻, 解除狂, 爽心悦志, 清脑安神, 软坚消肿的作用^[1-7]。现行质量标准收

载于《中华人民共和国卫生部药品标准维吾尔药分册》^[8], 原标准只有性状鉴别, 标准控制比较简单。本文通过对菟丝草药材进行研究, 增加了 TLC 鉴别方法, 并采用 HPLC 法测定金丝桃苷的含量, 使质量标准进一步完善提高。

1 仪器与试药

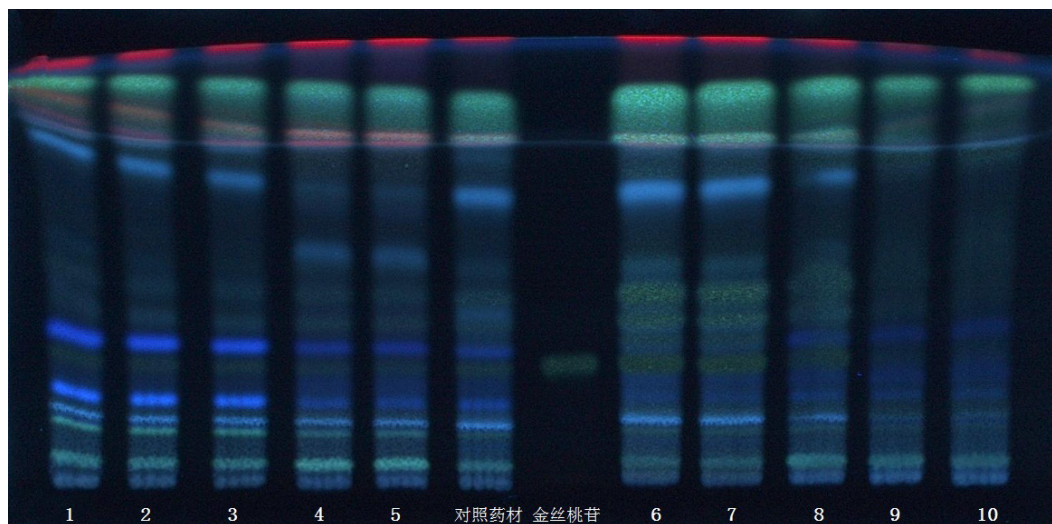
岛津 LC-20AT 高效液相色谱仪, SPD-M10AVP 二极管阵列检测器, Lab solution 色谱工作站(日本岛津)。KUDOS SK7210LHC 型超声仪(上海科导超声仪器有限公司)

金丝桃苷对照品(中国食品药品检定研究院, 批号: 11521-200303, 供含量测定用)。菟丝草对照药材(新疆维吾尔自治区食品药品检验所自制, 批号: 20120722)供试品: 菟丝草样品10批(批号分别为20100521、20110517、20110221、20110325、20110319、20110317、20110623、20110523、20110728、20110806), 经新疆大学生命科学与技术学院王虹老师鉴定均为旋花科植物菟丝子(*cuscuta chinensis lam.*)的干燥地上部分。乙腈为色谱纯(Fisher 公司), 其余化学试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 菟丝草 TLC 鉴别

取本品粉末 1 g, 加甲醇 30 mL, 超声(功率: 350 W, 频率: 59 kHz)处理 10 min, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取菟丝草对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。再取金丝桃苷对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2015 年版四部通则 0502)试验, 吸取供试品溶液 10 μ L, 对照品和对照药材溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10:6:1:2)的上层液为展开剂, 展开, 取出, 晾干。喷以 5% 三氯化铝乙醇液, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。见图 1。



1 ~ 10. 样品(批号: 20100521、20110517、20110221、20110325、20110319、20110317、20110623、20110523、20110728、20110806)。

图 1 薄层色谱图

2.2 金丝桃苷含量测定

2.2.1 色谱条件

色谱柱: Agilent Eclipse TC-C18 (250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.1%磷酸溶液(17:83); 检测波长: 360 nm; 流速: 1.0 mL \cdot min⁻¹; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 μ L。理论板数按金丝桃苷计应不低于6000。

2.2.2 对照品溶液制备

取金丝桃苷对照品适量, 精密称定, 加50%甲醇制成每1 mL含15 μ g的溶液, 作为对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液制备

取本品粉末(过三号筛)2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 50 mL, 称定重量, 超声(功率: 350 W, 频率: 59 kHz)处理

1 h, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤, 取续滤液, 作为供试品溶液。

2.2.4 线性关系考察

精密称量对照品适量, 加 50% 甲醇使溶解, 摇匀, 制成每 1 mL 含金丝桃苷 2.568、5.136、9.63、16.05、32.1、64.2、96.3、154.8、206.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$

的系列浓度对照品溶液, 分别进样 10 μL , 按“2.2.1”节下的色谱条件测定峰面积, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行回归, 得金丝桃苷的回归方程:

$$Y=21533X-6778 \quad r=0.9999$$

金丝桃苷进样浓度为 2.568 ~ 206.4 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 与峰面积呈良好的线性关系, 见图 1。

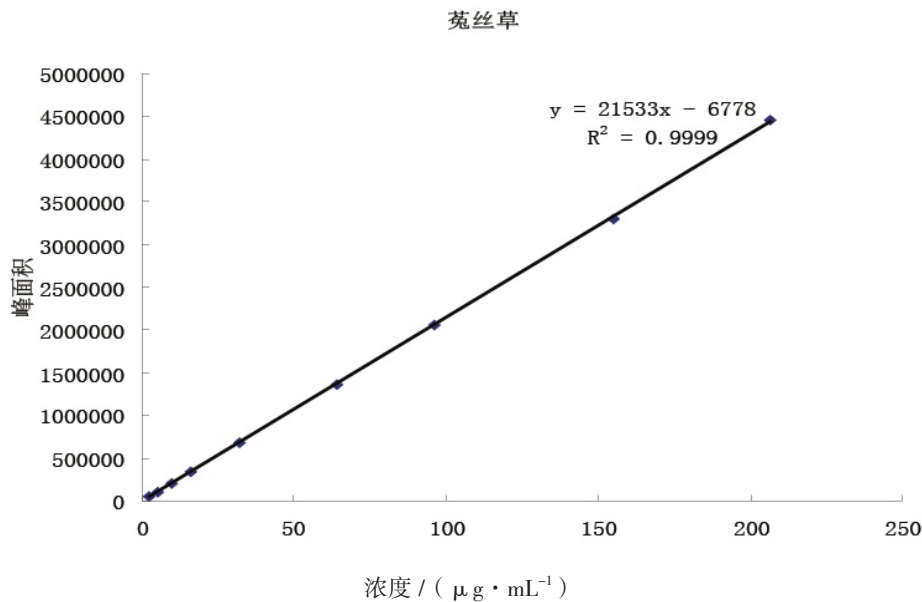


图 1 标准曲线图

2.2.5 精密度试验

精密吸取供试品溶液(1号样), 重复进样 6 次, 每次 10 μL , 按“2.2.1”节下的色谱条件测定峰面积, 计算相对标准偏差, 金丝桃苷峰面积 RSD 为 0.16%, 结果表明仪器精密度良好。

2.2.6 稳定性试验

取同一供试品溶液(1号样), 分别于配制后 0、2、4、8、12、24 h, 按“2.2.1”节下的色谱条件测定峰面积, 计算相对标准偏差 RSD 为 0.40%。结果表明供试品溶液在室温下 24 h 内稳定。

2.2.7 重复性试验

取供试品(1号样)适量, 照“2.2.3”方法制备供试品溶液 6 份, 按“2.2.1”节下的色谱条件测定,

结果金丝桃苷的平均含量为 0.40 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 为 2.06%, 表明本试验重复性良好。

2.2.8 加样回收率试验

取供试品(1号样) 1 g, 共 9 份, 分别精密加入每 1 mL 含金丝桃苷 0.09728 mg 的对照品溶液 4、5、6 mL, 按“2.2.3”方法制备测试溶液, 按“2.2.1”节下的色谱条件测定, 计算回收率, 结果金丝桃苷平均回收率为 100.18% ($n=9$), RSD 为 2.09%, 见表 1。

2.2.9 样品测定

分别称定 10 批菟丝草药材粉末, 按“2.2.3”方法制备测试溶液, 按“2.2.1”节下的色谱条件测定, 结果见表 2 和图 2。

表1 金丝桃苷回收率测定结果 ($n=9$)

称重量 /g	样品中含量 /mg	加入对照品量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1.0015	0.4025	0.3891	0.8043	103.26		
1.0027	0.4030	0.3891	0.8034	102.90		
1.0059	0.4043	0.3891	0.8008	101.90		
1.0026	0.4029	0.4864	0.8917	100.49		
1.0025	0.4029	0.4864	0.8887	99.88	100.18	2.09
1.0014	0.4025	0.4864	0.8772	97.59		
1.0015	0.4025	0.5837	0.9767	98.37		
1.0009	0.4023	0.5837	0.9765	98.37		
1.0004	0.4021	0.5837	0.9794	98.90		

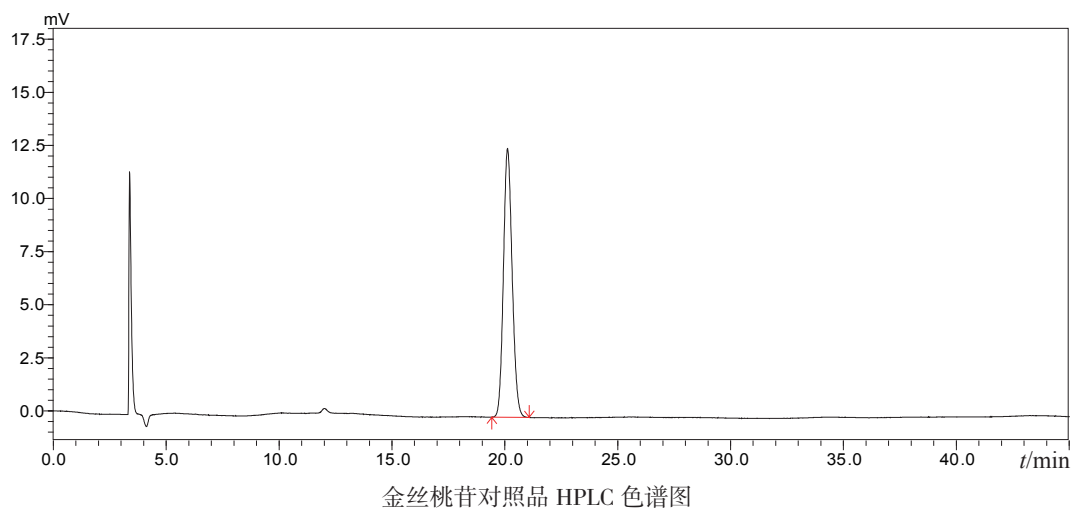
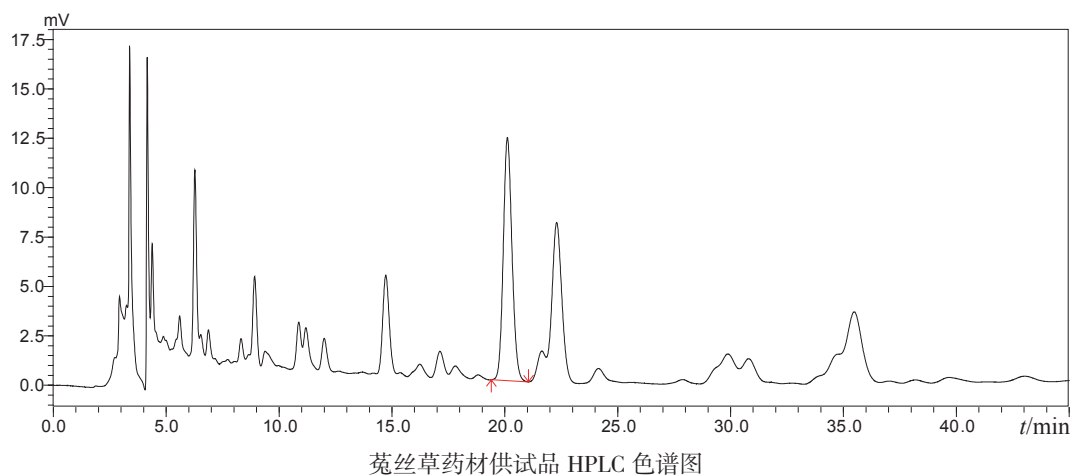


图2 菟丝草药材 HPLC 色谱图

表2 样品测定结果

编号	批号	含量 / (mg · g ⁻¹)	编号	批号	含量 / (mg · g ⁻¹)
1	20100521	0.040	6	20110317	0.382
2	20110517	0.096	7	20100623	0.082
3	20110221	0.056	8	20110523	0.036
4	20110325	0.031	9	20110728	0.034
5	20110319	0.026	10	20110806	0.043

3 讨论

3.1 TLC 特征成分的选择

文献报道菟丝草含黄酮类成分^[9-11], 本研究采用金丝桃苷对照品进行薄层色谱鉴别, 斑点清晰, 重现性好。

3.2 提取溶剂和超声时间的考察

分别采用不同浓度的溶剂、不同超声时间进行测定, 结果显示: 使用 50% 甲醇溶液, 超声 1 h 制备供试品溶液, 得到的金丝桃苷含量高。

3.3 新增含量测定项

菟丝草主要成分是金丝桃苷^[12-15], 具明显的强心作用。故选用金丝桃苷作为含量测定指标, 以进一步完善菟丝草药材的质量标准。

参考文献:

- [1] 中国医学百科全书编辑委员会. 中国医学百科全书: 维吾尔医学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2005: 299.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典: 下册[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1977: 2005.
- [3] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草: 维吾尔药卷 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2005: 301-302.
- [4] 刘勇民, 沙吾提·伊克木. 维吾尔药志: 下册[M]. 乌鲁木齐: 新疆科技卫生出版社, 1999: 831-832.
- [5] 中国药典: 一部[S]. 2015: 309-309.
- [6] 中国科学院新疆生物土壤沙漠研究所. 新疆药用植物

志: 第三卷) [M]. 乌鲁木齐: 新疆人民出版社, 1981: 51-60.

- [7] 新疆维吾尔自治区卫生厅. 维吾尔药材标准: 上册[M]. 乌鲁木齐: 新疆科技卫生出版社, 1993: 292.
- [8] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准: 维吾尔药分册[S]. 1998: 91.
- [9] 毛艳, 顾政一, 杨伟俊, 等. 维药菟丝草的质量标准研究[J]. 中国药房, 2013, 24 (19): 1782-1783.
- [10] 毛艳, 顾政一, 杨伟俊, 等. 维药菟丝草的生药鉴别[J]. 中药材, 2013, 36 (6): 911-913.
- [11] 娜仁高娃, 王青虎, 那音台, 等. HPLC法同时测定蒙药菟丝草中三种成分的含量[J]. 中国药房, 2014, 25 (7): 649-651.
- [12] 李东峰, 赵军, 王建华. 高效液相色谱法测定山楂中金丝桃苷的含量[J]. 新疆医科大学学报, 2008, 31 (12): 37-38.
- [13] 管群, 吕圭源, 俞静静, 等. 不同产地菟丝子总黄酮及金丝桃苷的含量测定[J]. 浙江中医药大学学报, 2012, (2): 74-76.
- [14] 王艳, 王先容, 马凤余, 等. 金丝桃苷在植物中分布及其含量测定[J]. 安徽医药, 2009, 13 (11): 1312.
- [15] 李景庄, 胡君萍, 杨建华, 等. HPLC-UV法测定天山花楸中金丝桃苷和芦丁的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29 (2): 310-312.

(收稿日期 2016年11月22日 编辑 王雅雯)