

HPLC 法对不同产地天麻药材的质量分析

李西林^{*}, 米健芳, 马晓悦, 司晓卉
(上海中医药大学, 上海 201203)

[摘要] 目的: 对天麻样品中的天麻素进行含量测定, 为制定天麻药材质量标准提供依据。方法: 采用高效液相色谱法对不同产地天麻样品中的天麻素进行含量测定。结果: 不同产地天麻中天麻素成分的含量有较大差别。结论: 天麻药材质量与产地、采收时间密切相关, 种内变种、野生或栽培也是影响天麻质量的因素。

[关键词] 天麻素含量; 高效液相色谱法; 产地

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)08-0096-02

天麻为兰科植物天麻 *Gastrodia elata* Bl. 的干燥块茎, 具有祛风定惊、平肝息风的功效, 主治诸风湿痹、风虚眩晕、头痛等症。因产量稀少, 故价格昂贵, 自古为名贵药材之一。随着天麻栽培技术的不断突破, 目前商品天麻的产地分布较广, 贵州、四川、云南、安徽、湖北、陕西等地均产^[1]。为了加快推进中药特色经济, 建立天麻 GAP 基地, 保护天麻种质资源, 有必要对各产地天麻开展天麻质量的对比研究。天麻素是天麻中的主要有效成分, 结构为对-羟甲基苯-*D*-葡萄糖吡糖苷。本文建立 HPLC 测定天麻药材中天麻素的方法, 通过对各产地出产天麻样品中有效成分的含量测定^[2], 为天麻质量的制定标准提供参考依据。

1 仪器和试剂

1.1 仪器 MDF2-400 高速粉碎机; Sartorius CP225D 电子天平; KUDOS SK5200H 超声仪; Agilent 1100 Series 高效液相色谱仪。

1.2 试剂 磷酸、乙醇为分析纯; 乙腈为色谱纯; 天麻素对照品 (11807-200205, 中国药品生物制品检定所); 天麻药材来源于贵州、云南、浙江、陕西、湖北、安徽、四川 7 省 12 个产区, 经上海中医药大学药教研室周秀佳教授鉴定, 为兰科植物天麻 *Gastrodia elata* Bl. 的干燥块茎。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Hypersil CPS2 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 检测波长 220 nm; 流速 0.6 mL ·

min⁻¹; 流动相乙腈-0.05% 磷酸 (3:97); 理论板数按天麻素计不低于 3 500; 进样量 10 μL, 见图 1。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取 80 干燥至恒重的天麻素 0.01 g, 加流动相溶解并定容至 50 mL, 制得 200.00 μg · mL⁻¹ 对照品溶液。稀释上述溶液, 制得 100.00, 50.00, 25.00, 12.50 μg · mL⁻¹ 对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取 80 干燥至恒重的天麻样品粉末 0.8 g, 精密称定, 置具塞三角瓶中, 精密加稀乙醇 50 mL, 称重, 超声处理 30 min, 静止 24 h, 振摇, 超声处理 15 min, 放冷, 用稀乙醇补足重量, 滤过, 取续滤液 10 mL, 浓缩至近干, 残渣用乙腈-水 (3:97) 溶解, 定容至 10 mL, 溶液过 0.45 μm 微孔滤膜, 即得。

2.4 线性关系考察 取 2.3 项下对照品溶液, 按 2.1 色谱条件测定, 以进样量 X 为横坐标, 峰面积 Y 为纵坐标作图, 得回归方程为 $Y = 29.9X + 3.87$, $r = 1.000$ 。线性范围: 12.5 ~ 200 μg · mL⁻¹。

2.5 精密度试验 在上述色谱条件下, 精密注入 100.00 μg · mL⁻¹ 对照品溶液 10 μL, 重复进样 3 次, 测定峰面积的 RSD 为 2.3%, 表明精密度良好。

2.6 稳定性试验 在室温条件下, 同一样品溶液在 0, 12, 24, 48 h 进样测定, RSD 为 1.3%, 说明样品溶液在 48 h 内稳定。

2.7 重复性试验 按照样品测定方法, 对贵州大方乌杆天麻样品进行 3 次平行试验, 天麻素的含量 RSD 为 6.2%。

2.8 加样回收率试验 取已知含量的样品天麻粉末 6 份, 于每份样品中加入适量天麻素对照品, 按 2.3 项下方法制备供试液, 按 2.1 项下色谱条件测

[收稿日期] 2009-11-02

[通讯作者] 李西林, 教授, Tel: (021) 51322188; E-mail: lixiln121@sohu.com

定, 结果表明, 该方法的回收率良好。见表 1。

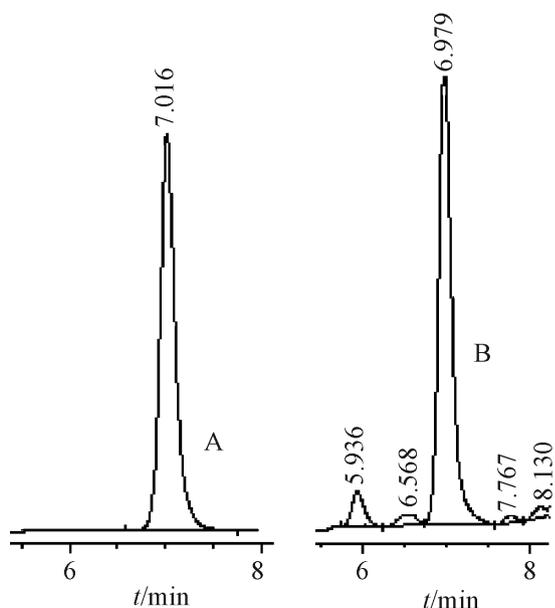


图 1 天麻素 HPLC 色谱图
A. 对照品; B. 样品

表 1 天麻素加样回收率试验

No.	样品量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	加样量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	测定量 / $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	回收率 / %	平均回 收率 / %	RSD / %
1	82.8	110.6	191.4	98.2	99.4	2.65
2	82.8	110.6	195.9	102.3		
3	62.8	110.0	170.8	98.2		
4	62.8	110.0	170.2	97.6		
5	121.7	109.4	227.8	97.0		
6	121.7	109.4	234.6	103.2		

2.9 样品含量测定 取 2.3 项下供试品溶液, 进样体积 10 μL , 计算各样品中天麻素的含量(以干燥品计)。在考察的 9 个不同产地的 12 份天麻药材中 10 份有效成分含量达到药典要求, 即天麻素不得少于 0.2%, 可形成商品, 有药用价值。12 份样品的天麻素含量存在较大幅度的差异。见表 2。

3 讨论

本文采用 HPLC 仪器测定天麻样品中天麻素含量, 处理方法简便, 样品在 48 h 内稳定。色谱峰彼此干扰少, 实验条件和方法基本满足分析需要。

表 2 不同产地天麻样品中天麻素的含量测定 %

No.	样品来源	样品	含量
1	贵州大方	野生乌杆天麻	0.17
2	-	栽培乌杆冬麻	0.76
3	-	栽培红杆天麻	0.33
4	-	栽培黄杆天麻	0.29
5	-	野生春麻	0.47
6	云南	野生乌杆天麻	0.01
7	湖北	栽培黄杆天麻	0.39
8	陕西	栽培汉中冬麻	0.39
9	浙江	栽培天麻	0.79
10	四川	栽培天麻	0.29
11	安徽	栽培天麻	0.52
12	安徽	栽培天麻	0.26

结果表明, 天麻产地对其天麻素的含量有直接影响; 不同产地样品的天麻素含量存在较大幅度的差异。天麻素含量最高的为浙江产天麻达 0.79%, 最低的为云南产天麻仅为 0.01%, 两者相差 79 倍。采收时间对样品天麻素含量的影响极大。同产地同一变种的天麻, 冬麻样品的天麻素含量是春麻的 4.5 倍左右。同产地野生春麻的天麻素含量要高于栽培品, 但仅为栽培品冬麻的约 6 成。另一方面, 同产地的不同变种天麻的天麻素含量也存在较大差异, 结果说明种内变种、野生或栽培同样是影响天麻质量的重要因素。

[参考文献]

- [1] 张宏杰, 周建军, 李新生, 等. 天麻研究进展[J]. 氨基酸和生物资源, 2003, 25(1): 17.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 44.

[责任编辑 顾雪竹]