

不同地区锁阳药材及饮片中儿茶素的含量测定

邹兵¹,刘玉强²,才谦^{2*}

(1. 鞍山市食品药品检验所,辽宁 鞍山 114006; 2. 辽宁中医药大学,辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的:采用 HPLC 法测定不同产地锁阳药材及不同地区锁阳饮片中儿茶素的含量。方法:采用 Tigerkin C₁₈ (4.6 mm×200 mm,5 μm) 色谱柱;流动相为 0.04 mol·L⁻¹ 枸橼酸溶液-*N,N*-二甲基甲酰胺-四氢呋喃 (52:5:1);检测波长 280 nm;流速 1.0 mL·min⁻¹。结果:测定了 10 个不同产地锁阳药材中儿茶素的含量,其中 9 个地区锁阳药材中儿茶素的含量高于 0.080%,只有甘肃肃南的最少(0.048%);测定了 22 个不同地区锁阳饮片中儿茶素的含量,其中只有 5 个地区锁阳饮片中儿茶素的含量高于 0.080%,大部分地区锁阳饮片中儿茶素的含量不低于 0.040%。结论:不同产地锁阳药材和不同地区锁阳饮片中儿茶素的含量不同,饮片中儿茶素的含量低于药材中的含量。

[关键词] 儿茶素;锁阳药材和饮片;含量测定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)06-0068-03

Determination of Catechin in Crude Drugs from Various Habitats and Prepared Medical Herbs of *Cynomorium songaricum* Rupr. from Different Areas by HPLC

ZOU Bing¹, LIU Yu-qiang², CAI Qian^{2*}

(1. Anshan Institute for Food and Drug Control of Liaoning Province, Anshan 114006, China;
2. Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the content of catechin in crude drugs from various habitats and prepared medical herbs of *Cynomorium songaricum* from different areas by HPLC. **Method:** The determination was carried on Tigerkin C₁₈ column, 0.04 mol·L⁻¹ citric acid-*N,N*-dimethylformamide-tetrahydrofuran (52:5:1) as mobile phase with a flow rate 1.0 mL·min⁻¹ and detection wavelength at 280 nm. **Result:** Among the crude drugs from 10 various habitats, the content of catechin in crude drugs from 9 various habitats is over 0.080% except from gannan which was 0.048%; Among the prepared medical herbs from 22 regions, the content of catechin in 5 various habitats is over 0.080%, the content in most prepared medical herbs was over 0.040%. **Conclusion:** The contents of catechin in crude drugs from various habitats and prepared medical herbs of *Herbe cynomorii* from different areas were different, the content of catechin in prepared medical herbs was lower than that in crude drugs.

[Key words] catechin; crude drugs and prepared medical herbs of *Cynomorium songaricum* Rupr.; content determination

锁阳为锁阳科植物 *Cynomorium songaricum* Rupr. 的干燥肉质茎,现为《中国药典》收载品种。药材分布于新疆、内蒙、甘肃、四川等地,栽培或野生,药源丰富,具有补肝肾、益精血、润肠通便等功能。用于腰膝酸软、阳痿滑精、肠燥便秘等症。本品虽为药典收载,但无含量测定内容,张思巨等采用

[收稿日期] 20101018(001)
[基金项目] 2010 年版《中国药典》(一部)标准研究课题(YS-123)
[第一作者] 邹兵,副主任药师,本科,研究方向:药品检验,Tel: 13050089985,E-mail:asz2009@sina.com
[通讯作者] *才谦,副教授,研究方向:中药化学,Tel:0411-87586318,E-mail:caiqianmail@sina.com

HPLC 测定了锁阳中儿茶素的含量^[1],王勤等采用 HPLC 测定了锁阳中没食子酸和原儿茶酸含量^[2],邸多隆等采用 HPLC 法测定了锁阳中熊果酸的含量^[3]。本课题经 HPLC 预试发现儿茶素含量较高,且儿茶素具有提高免疫功能、清除自由基、抗氧化作用、防突变、抗癌等活性^[4-5],与锁阳主要药理作用相吻合。本文采用高效液相色谱法测定了 10 个不同产地的锁阳药材和 22 个不同地区市售锁阳饮片中儿茶素的含量,并根据实验结果初步制定了锁阳中药材和饮片中儿茶素的最低限量。

1 材料

Agilent 1100 Series 高效液相色谱仪;Agilent 1100 Series 紫外检测器;Agilent 1100 Series 色谱工作站(美国安捷伦公司);Tigerkin C₁₈(4.6 mm×200 mm,5 μm)色谱柱(大连思普精工有限公司);TDL-5-A 低速台式大容量离心机(ANKE 公司);KH-300P 型超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司)。

儿茶素对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号 877-200001,经液相色谱法用归一化法测定,含量大于 98%);锁阳药材收集于各产地,饮片为各地市售饮片,经辽宁中医药大学植物教研室王冰教授鉴定为锁阳科植物锁阳(*C. songaricum*)的干燥肉质茎。甲醇、四氢呋喃为色谱醇,水为重蒸水,其他试剂为分析醇。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Tigerkin C₁₈(4.6 mm×200 mm, 5 μm)色谱柱;柱温 35 ℃;流动相 0.04 mol·L⁻¹枸橼酸溶液-*N,N*-二甲基甲酰胺-四氢呋喃(52:5:1);流速 1.0 mL·min⁻¹;检测波长为 280 nm。见图 1。

2.2 对照品溶液制备 取儿茶素对照品适量,精密称定,加 50%的甲醇制成 30 mg·L⁻¹的溶液,即得。

2.3 供试品溶液制备 取本品粉末(过 80 目筛)约 2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 100 m,称定质量,回流提取 1 h,放冷,再称定质量,用 50% 甲醇补足减失的质量,离心(3 000 r·min⁻¹, 15 min),上清液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取续滤液,即得。

2.4 线性关系考察 精密吸取儿茶素对照品溶液(0.108 4 g·L⁻¹)1,2,4,6,8,10,12 μL,分别注入液相色谱仪测定,以对照品进样量(μg)为横坐标(*X*),对照品峰面积为纵坐标(*Y*),绘制标准曲线,得回归方程为 $Y=622.4X-1.035(r=0.9997)$ 。表

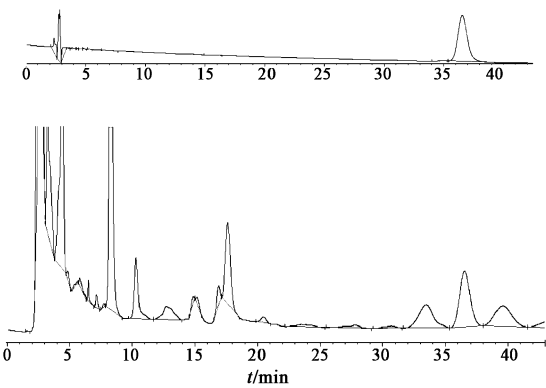


图 1 锁阳药材 HPLC 谱图

A. 对照品;B. 供试品;1. 儿茶素

明儿茶素对照品在 0.108 4~1.300 8 μg,峰面积与进样量有良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 20 μL,重复进样 5 次,测定色谱峰面积,RSD 1.9%。

2.6 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 20 μL,每 0,2,4,6,8,10 h 测定 1 次,结果显示 10 h 内,溶液中儿茶素峰面积稳定,RSD 2.1%。

2.7 重复性试验 取同一批样品,称取 6 份,按供试品溶液制备项下方法制备,结果样品中儿茶素的平均质量分数为 0.108%,RDS 2.2%,重复性良好。

2.8 加样回收率试验 取已知含量锁阳干燥粉末(儿茶素含量为 0.108%)6 份,每份 1 g。精密称定,分别加入对照品溶液(0.107 8 g·L⁻¹)10 mL,按上述方法测定,计算回收率,回收率在 95.3%~101.0%,RSD 2.4%,结果见表 1。

表 1 儿茶素加样回收率考察($\bar{x} \pm s, n=2$)

No.	称样量 /g	样品 中量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	1.000 3	1.080 3	2.118 3	96.3	98.3	2.4
2	1.000 1	1.080 1	2.169 0	101.0		
3	1.000 6	1.080 6	2.168 2	100.9		
4	0.999 8	1.079 8	2.107 2	95.3		
5	1.000 1	1.080 1	2.146 8	99.0		
6	1.000 2	1.080 2	2.128 6	97.2		

注:加入量均为 1.078 mg。

2.9 样品测定结果 分别测定了 10 个产地的锁阳药材和 22 个地区市售锁阳饮片中儿茶素的含量,结果见表 2,3。

表 2 不同产地锁阳中儿茶素的含量测定结果 (n = 2) %		
No.	样品来源	儿茶素
1	甘肃肃南	0.048
2	内蒙古呼和浩特	0.085
3	内蒙阿拉善	0.214
4	四川	0.212
5	青海	0.573
6	甘肃庆阳	0.101
7	新疆(浙江中医药大学饮片厂)	0.106
8	内蒙古(浙江中医药大学饮片厂)	0.115
9	新疆(购于安国药材市场)	0.096
10	内蒙古(购于安国药材市场)	0.105

3 讨论

通过对锁阳药材和饮片进行儿茶素的含量测定,发现锁阳药材中儿茶素的含量各地虽有差异,但多在 0.08% 以上,而各地锁阳饮片中儿茶素含量则多低于 0.08%,定最低含量为不低于 0.04% 为宜,这可能与炮制加工时损失有关,文献[1] 中亦有相同情况的报道。

[参考文献]

[1] 张思巨,刘丽,于江泳. 高效液相色谱法测定锁阳中儿茶素的含量[J]. 中国药学杂志,2003,38 (8):578.
[2] 王勤,孙芸. HPLC 法测定锁阳中没食子酸和原儿茶酸含量[J]. 西北药学杂志,2010,25(6):190.

表 3 不同地区锁阳饮片中儿茶素的含量测定 (n = 12) %		
No.	样品来源	儿茶素
1	辽宁阜新	0.052
2	长春(产地内蒙古)	0.141
3	重庆(产地内蒙古)	0.043
4	天津(产地新疆)	0.028
5	湖北(产地内蒙古)	0.022
6	甘肃兰州(产地内蒙古)	0.096
7	上海(产地甘肃)	0.069
8	河南驻马店	0.041
9	辽宁本溪	0.046
10	广州	0.025
11	山东济南(产地内蒙古)	0.071
12	内蒙古	0.042
13	山西晋城	0.049
14	贵州省贵阳	0.065
15	江西南昌	0.015
16	河北安国	0.075
17	山东烟台(产地内蒙古)	0.078
18	陕西省西安市(产地河南)	0.060
19	浙江(产地宁夏)	0.093
20	新疆	0.136
21	内蒙古	0.054
22	甘肃庆阳	0.104

[3] 邸多隆,刘晔玮,毛晓春,等. 反相高效液相色谱法测定锁阳中熊果酸含量[J]. 中国医院药学杂志,2004,24(12):730.
[4] 于健东,王钢力,田金改. 儿茶的化学成分及药理研究进展[J]. 中国中药杂志,1999,24 (增刊):170.
[5] 韩永品,吴晓岚,钱进,等. 茶儿茶素抗小鼠脑、肝及肾脂质过氧化作用[J]. 中草药,1992,23 (9):477.

[责任编辑 蔡仲德]