

## 不同产地红景天药材中红景天甙含量的测定

罗 晓<sup>1,2</sup>, 杨庆雄<sup>3</sup>, 刘绣华<sup>2</sup>, 张颖君<sup>1</sup>, 杨崇仁<sup>1\*</sup>

(1. 中国科学院 昆明植物研究所, 云南 昆明 650204; 2. 河南大学 化学化工学院, 河南 开封 475001;

3. 云南云药实验室有限公司, 云南 昆明 650032)

**摘 要:**以红景天甙含量为指标建立了红景天药材的 HPLC 定量分析方法. 色谱条件: C<sub>18</sub> 柱 (250 mm × 4.6 mm, 25 μm), 甲醇-乙腈-水为流动相梯度洗脱, 检测波长为 275 nm. 该法灵敏度高, 重现性好. 利用本方法对六种不同产地红景天药材中红景天甙的含量进行了分析比较. 结果表明, 产地不同, 红景天甙的含量差别很大, 其中以云南丽江地区产的含量最高.

**关键词:** HPLC; 红景天; 红景天甙; 天然产物; 中药材

中图分类号: R 284.2

文献标识码: A

文章编号: 1008-1011(2006)03-0083-02

## Detem ination of Salidroside in Rhodiola L from D ifferent D istrict

LUO Xiao<sup>1,2</sup>, YANG Qing-xiong<sup>3</sup>, LU Xiu-hua<sup>2</sup>, ZHANG Ying-jun<sup>1</sup>, YANG Chong-ren<sup>1\*</sup>

(1. Kunming Institute of Botany, Chinese Academy of Sciences, Kunming 650204, Yunnan, China;

2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Henan University, Kaifeng 475001, Henan, China;

3. Yunnan Yunyao Laboratory Co., Ltd, Kunming 650032, Yunnan, China)

**Abstract:** A quantitative HPLC method for determining the content of salidroside in *rhodiola L* was established. With methanol-acetonitrile-water as mobile phase, the column of Lichrospher C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 25 μm) was selected and the detection wavelength was set at 275 nm. This method was accurate and sensitive. Six examples collected from different district were examined. Results showed the contents of salidroside were different greatly, and the sample with the highest content came from Lijiang, Yunnan province.

**Keywords:** HPLC; *rhodiola L*; salidroside; natural product; Chinese medicine

红景天属植物作为传统藏药,始载于《四部医典》,性凉、清热、用于滋补元气. 藏医将花、根入药,主治肺病、神经麻痹、退烧等症,有“高原人参”和“雪山仙草”的美誉. 前苏联用全草作滋补强壮剂. 现代药理研究表明它是继人参、刺五加之后的又一类强身健体、增强机体抗逆、抗衰老能力的营养保健药<sup>[1]</sup>. 在军事医学、航天医学、运动医学及保健医学领域有广泛的应用.

红景天甙是红景天属植物的一种重要活性成分,其含量的高低是评价该属植物药用价值的重要指标之一<sup>[2]</sup>. 《中国药典》2005年版采用反相高效液相色谱法,以 15% 甲醇为流动相<sup>[3]</sup>,彭江南、张桂燕等采用甲醇-乙腈-水恒度或梯度洗脱<sup>[4,5]</sup>,测定指标性成分红景天甙的含量. 但作者用上述方法测定时发现峰形不尖锐、基线漂移、分离度不符合要求等问题. 作者采用甲醇-乙腈-水为流动相,通过调整乙腈的比例来改变峰形和基线,建立了一种新的 HPLC 方法,测定了六种不同产地药材中红景天甙的含量.

## 1 仪器和试剂

### 1.1 仪器

高效液相色谱仪 (日本岛津 2010 A 型), Lichrospher C<sub>18</sub> 色谱柱 (250 mm × 4.6 mm, 25 μm), Class-VP 工作站. 甲醇、乙腈为色谱纯,水为二次蒸馏水,其余试剂均为分析纯.

收稿日期: 2006-05-18.

作者简介: 罗晓 (1979-), 女, 硕士, 研究方向为天然产物分离与结构鉴定. \* 通讯联系人, E-mail: cryang@mail.kib.ac.cn

## 1.2 样品和对照品

云南丽江产的大花红景天根,由中科院昆明植物所杨崇仁教授鉴定.其余六种样品均购自云南省昆明市菊花村中药材市场.

红景天甙对照品(自制,HPLC纯度检测为99.09%,见图1),并经MS,<sup>1</sup>H NMR,<sup>13</sup>C NMR鉴定结构.

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件与系统适用性实验

用十八烷基键合硅胶为填充剂(实验中用Lichrospher C<sub>18</sub>柱,250 mm × 4.6 mm,25 μm);甲醇-乙腈-水为流动相梯度洗脱,0.01 min(4.8:88)~95.0 min(10:22:68).流速0.75 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长275 nm,柱温25℃,进样量10 μL.理论板数按红景天甙峰计算不低于3000.图2结果表明,保留值为10.1 min的峰1为红景天甙,该法对红景天甙达到基线分离,具有良好的分离度.

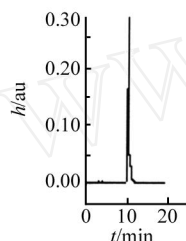


图1 红景天甙对照品的HPLC图

Fig 1 HPLC spectrum of salidroside

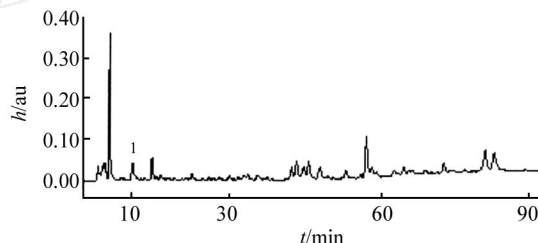


图2 丽江产红景天药材的HPLC图

Fig 2 HPLC spectrum of extracts of rhodiola L from Lijiang

### 2.2 对照品和供试品溶液的制备

精密称取红景天甙对照品25.2 mg,置于25 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,定容,摇匀,即得对照品储备液,浓度为1.008 0 g/L.称取取自云南丽江的大花红景天根粉(过三号筛)0.5 g,精密称定,置于锥形瓶中,加入甲醇10 mL,称定重量,超声30 min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,上清液用微孔滤膜(0.45 μm)过滤<sup>[3]</sup>,即得供试品溶液.

### 2.3 线性关系考察

按上述色谱条件测定峰面积.对照品溶液分别进样2,4,6,8,10,12 μL,得六组数据.以峰面积(y)与对照品溶液中红景天甙的质量(x/μg)作图,得到标准曲线,回归方程 $y = 799\,677x + 902\,791$  ( $r = 0.9998$ ),红景天甙质量在2.001 6 - 12.009 6 μg范围内线性关系良好.

### 2.4 精密度、重现性和加标回收率试验

精密度试验:按上述色谱条件测定峰面积.取上述供试品溶液,重复进样5次,每次10 μL.计算红景天甙的平均含量为0.552 6% ( $R_{SD} = 1.75\%$ ).结果表明,本法精密度较好.

重现性试验:按上述色谱条件测定峰面积.称取干燥的红景天药材细粉5份,每份0.5 g,精密称定,按2.2方法分别制备样品溶液,计算红景天甙的平均含量为0.552 3% ( $R_{SD} = 1.82\%$ ).

加标回收率试验:按上述色谱条件测定峰面积.称取上述已知红景天甙含量的大花红景天药材根粉5份,每份0.5 g,精密称定,分别加入对照品溶液1 mL(1.008 0 mg),按照2.2方法制备样品溶液,共加甲醇10 mL.计算红景天甙的平均加标回收率为98.2% ( $R_{SD} = 0.98\%$ ),结果见表1.

表1 加标回收率试验结果

Table 1 The recovery test of salidroside in rhodiola L

样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	$R_{SD}/\%$
2.784 4	1.008 0	3.764 2	97.2	98.2	0.98
2.760 5	1.008 0	3.742 3	97.4		
2.792 7	1.008 0	3.793 6	99.3		
2.776 0	1.008 0	3.774 9	99.1		
2.837 0	1.008 0	3.824 8	99.1		

(下转第97页)

4670 - 4679.

- [22] Millward A R, Yaghi O M. Metal-organic frameworks with exceptionally high capacity for storage of carbon dioxide at room temperature [J]. *J Am Chem Soc*, 2005, 127: 17998 - 17999.
- [23] Maspoeh D, Domingo N, RuizMolina D, et al A robust nanocontainer based on a pure organic free radical [J]. *J Am Chem Soc*, 2004, 126: 730 - 731.
- [24] Wang Z, Zhang B, Fujiwara H, et al  $Mn_3(HCOO)_6$ : a 3D porous magnet of diamond framework with nodes of Mn-centered  $Mn_4$  tetrahedron and guest-modulated ordering temperature [J]. *Chem Commun*, 2004, 416 - 417.
- [25] Xiang S C, Wu X T, Zhang J J, et al A 3D canted antiferromagnetic porous metal-organic framework with anatase topology through assembly of an analogue of polyoxometalate [J]. *J Am Chem Soc*, 2005, 127: 16352 - 16353.
- [26] Bradshaw D, Prior T J, Cussen E J, et al Permanent microporosity and enantioselective sorption in a chiral open framework [J]. *J Am Chem Soc*, 2004, 126: 6106 - 6114.
- [27] Wu C D, Hu A, Zhang L, et al A homochiral porous metal-organic framework for highly enantioselective heterogeneous asymmetric catalysis [J]. *J Am Chem Soc*, 2005, 127: 8940 - 8941.
- [28] Bai Y, Duan C Y, Cai P, et al Enantiomeric interpenetrating 3D nets with chiral silver helicates [J]. *Dalton Trans*, 2005, 2678 - 2680.
- [29] Gao E Q, Bai S Q, Wang Z M, et al Two-dimensional homochiral manganese (II) -azido frameworks incorporating an achiral ligand: partial spontaneous resolution and weak ferromagnetism [J]. *J Am Chem Soc*, 2003, 125: 4984 - 4985.
- [30] Gier T E, Bu X H, Feng P Y, et al Synthesis and organization of zeolite-like materials with three-dimensional helical pores [J]. *Nature*, 1998, 395: 154 - 157.

(上接第 84 页)

## 2.5 样品测定

按上述色谱条件测定峰面积,分别称取从市场上购得的不同产地的红景天药材 0.5 g,精密称定,按上述 2.2 方法制备样品溶液,根据外标法测定样品中红景天甙的含量,结果见表 2。

表 2 不同产地药材中红景天甙含量测定结果

Table 2 Contents of salidroside from different samples

产地	丽江	青海	东北	西藏	四川	长白山
含量 / %	0.908 8	0.483 2	0.803 5	0.713 0	0.227 5	0.109 8
$R_{SD}$ / %	1.16	0.87	1.06	1.25	0.93	1.76

结论:红景天甙是红景天药材的指标性成分。采用甲醇-乙腈-水为流动相建立了一种新的 HPLC 方法,该法灵敏度高,重现性好。通过对六种不同产地药材中红景天甙含量的分析,发现产地不同,红景天甙含量的差别很大,其中以云南丽江地区产的含量最高,东北、西藏地区的含量次之。

## 参考文献:

- [1] 俞文胜,陈新民,杨磊,等.大花红景天多元酚类化学成分的研究[J].天然产物研究与开发,1992,4(2):23-28
- [2] 王钢力,陈德昌.红景天属植物化学及药理研究进展[J].植物资源与环境,1994,3(3):54-57.
- [3] 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,2005.106
- [4] 彭江南,陈浩,马成禹.高效液相色谱法测定红景天中红景天甙和酪醇的含量[J].药物分析杂志,1995,15(4):21-23
- [5] 张桂燕,张早华,储载农.红景天注射剂指纹图谱的 HPLC 研究[J].中成药,2004,26(4):259-261.