

文章编号: 1004-4353(2015)04-0356-03

# 长白山地区野生兴安升麻中升麻素的含量测定

刘贺<sup>1</sup>, 关琪轩<sup>1</sup>, 金成山<sup>1</sup>, 郭建鹏<sup>1,2\*</sup>

(1. 延边大学药学院, 吉林 延吉 133002;

2. 延边大学长白山生物资源与功能分子教育部重点实验室, 吉林 延吉 133002)

**摘要:** 采用高效液相色谱法对长白山地区的野生兴安升麻中升麻素的含量进行测定, 检测条件为: 检测波长为 254 nm、色谱柱为 Thermo ODS-2HYPERSIL (4.6 mm×250 mm, 5 μm)、流动相为甲醇-水(体积比为 42:58)、线性度( $r$ )高于 0.999 9、平均回收率为 100.45%。测定结果表明, 不同样品间升麻素含量的差异较小, 平均含量为 0.24 mg/g。该方法简便、灵敏、准确可靠、重复性好, 可用于兴安升麻中升麻素的含量测定。

**关键词:** 兴安升麻; 升麻素; 高效液相

中图分类号: R927.2

文献标识码: A

## Determination of Cimifugin in the wild *Cimicifuga dahurica* on Changbai Mountains

LIU He<sup>1</sup>, GUAN Qixuan<sup>1</sup>, JIN Chengshan<sup>1</sup>, GUO Jianpeng<sup>1,2\*</sup>

(1. College of Pharmacy, Yanbian University, Yanji 133002, China; 2. Key Laboratory of Natural Resources of Changbai Mountain & Functional Molecules (Yanbian University), Ministry of Education, Yanji 133002, China)

**Abstract:** High performance liquid chromatography (HPLC) method is established for determination of Cimifugin in the wild *Cimicifuga dahurica* on Changbai Mountains. The detection wavelength is 254 nm, the chromatographic column is Thermo ODS-2HYPERSIL (4.6 mm×250 mm, 5 μm), and the mobile phase is methanol-water (42:58). The coefficient of correlation ( $r$ ) is 0.999 9; the average recovery is 100.45%. Results show that there is no difference for the contents of Cimifugin in the *Cimicifuga dahurica* on Changbai Mountains, the average content was 0.24 mg/g. The method is simple, accurate, reliable, sensitive and reproducible, thus it can be used for determining Cimifugin in the *Cimicifuga dahurica*.

**Keywords:** *Cimicifuga dahurica*; Cimifugin; high performance liquid chromatography

升麻为毛茛科植物大三叶升麻 *Cimicifuga heracleifolia* Kom.、兴安升麻 *Cimicifuga dahurica* (Turcz.) Maxim 或升麻 *Cimicifuga foetida* L. 的干燥根茎, 是常用的中药材, 主要产于东三省、山西、河北、四川等地。升麻主要用于风热头痛、麻疹不畅、齿痛口疮、咽喉肿痛等多种症状<sup>[1]</sup>。升麻还是朝医学传统方剂习用药材, 为“太阴人”

药, 主要用于中气虚弱或气虚下陷所致久泻脱肛、子宫脱垂以及因气虚不能摄血所致的妇女崩漏不止等病症<sup>[2]</sup>。

目前, 在升麻药材质量标准中的含量测定项, 有异阿魏酸含量<sup>[3]</sup>等检测指标。升麻素是升麻药材的特有成分之一<sup>[4]</sup>, 也是升麻中色原酮类的有效成分<sup>[5]</sup>, 具有抗菌、降压、镇静、抑制心肌、减慢

心率、抑制过敏性炎症的药理作用<sup>[6]</sup>. 本文采用高效液相色谱法<sup>[7-8]</sup>建立了兴安升麻药材中升麻素含量的测定方法,并测定了长白山地区野生兴安升麻样品中的升麻素含量,为了解兴安升麻药材质量信息以及制定药材标准提供参考.

### 1 仪器与试药

仪器有 Primaide 高效液相色谱仪(日立),超声波清洗机 JPS-40(深圳市洁泰超声洗净设备有限公司),R206 旋转蒸发仪(广州华生仪器厂).

升麻素对照品由中国药品生物制品检验所提供(批号为 111710-200602),甲醇为色谱纯,水为超纯水,其余试剂均为分析纯.

兴安升麻采收于长白山地区山地林缘地带(表 1),均经延边大学药学院吕慧子研究室鉴定.

表 1 兴安升麻药材来源

样品编号	采集时间	药材产地
样品 1	2015-09	敦化市
样品 2	2015-10	敦化市
样品 3	2015-09	安图县
样品 4	2015-10	安图县
样品 5	2015-09	和龙市
样品 6	2015-10	和龙市
样品 7	2015-09	临江市
样品 8	2015-10	临江市

### 2 方法与结果

#### 2.1 升麻药材的采收及加工

秋季采挖,除去泥土,晒至须根干时,除去须根,晒干.

#### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 取升麻素对照品,精密称定,加甲醇制成 0.15 mg/mL 溶液.

2.2.2 供试品溶液的制备 称取升麻粗粉 4 g,加入蒸馏水 100 mL,超声提取 30 min;提取液过滤,离心,取上清液浓缩,定容至 25 mL,0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液作为供试品溶液.

#### 2.3 色谱条件

色谱柱为 Thermo ODS-2HYPERSIL (4.6 mm×250 mm, 5 μm),柱温为 30 ℃;流动相为甲醇-水(42:58,体积比);检测波长为 254 nm,流速为 1.0 mL/min,进样量为 10 μL. 以外标法定

量. 对照品及供试品溶液的色谱图如图 1 所示.

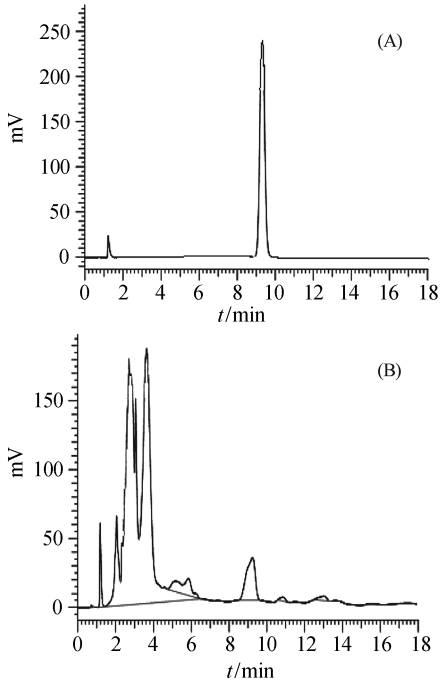


图 1 升麻素对照品(A)和升麻药材(B)的色谱图

#### 2.4 线性关系

量取对照品溶液 5、10、15、20、25、30 μL,注入色谱仪,测定峰面积,以峰面积(Y)对进样量(X)进行回归,结果得升麻素线性回归方程为  $Y=3.8E+5X-62\ 323$ ,  $r=0.999\ 9$ . 升麻素进样浓度在 0.75~4.5 μg 范围内,升麻素进样量与峰面积呈良好的线性关系.

#### 2.5 精密度

取对照品溶液,按 2.3 中色谱条件测定升麻素峰面积值,结果显示升麻素峰面积的 RSD 值为 0.52%( $n=6$ ),表明仪器精密度良好.

#### 2.6 重复性

取同一供试品溶液,按 2.3 中色谱条件测定,结果显示升麻素峰面积的 RSD 值为 0.90%( $n=6$ ),表明本方法重现性良好.

#### 2.7 稳定性

分别在 0、2、4、8、12、24 h,按 2.3 中色谱条件测定供试品溶液,结果显示升麻素峰面积的 RSD 值为 0.96%( $n=6$ ),表明供试品溶液在 24 h 内相对稳定.

#### 2.8 加样回收率

量取已知含量升麻素的供试品溶液 9 份,分

别精密加入对照品适量,按 2.2.2 中方法制备供试品溶液,按 2.3 中色谱条件测定,结果如表 2 所示.

### 2.9 样品测定

按上述测定方法对不同批次样品进行测定,以外标法计算升麻素含量,测定结果见表 3,样品来源见表 1.测定结果表明,长白山地区野生兴安升麻样品中的升麻平均含量为 0.24 mg/g.

表 2 加样回收率考察结果

样品中升麻素含量/ $\mu\text{g}$	加入量/ $\mu\text{g}$	测得量/ $\mu\text{g}$	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
43.2	34.56	76.81	98.78		
43.2	34.56	76.86	98.85		
43.2	34.56	76.91	98.91		
43.2	43.2	85.75	99.25		
43.2	43.2	87.04	100.74	100.45	1.85
43.2	43.2	85.99	99.52		
43.2	51.84	98.69	103.84		
43.2	51.84	96.54	101.58		
43.2	51.84	97.46	102.55		

表 3 样品中升麻素含量 mg/g

样品编号	升麻素含量			平均值
	1	2	3	
样品 1	0.23	0.24	0.22	0.23
样品 2	0.23	0.23	0.24	0.23
样品 3	0.26	0.23	0.23	0.24
样品 4	0.25	0.24	0.23	0.24
样品 5	0.24	0.25	0.26	0.25
样品 6	0.25	0.25	0.23	0.24
样品 7	0.25	0.25	0.24	0.25
样品 8	0.24	0.23	0.24	0.24
平均含量	0.24			

## 3 讨论

### 3.1 药材前处理条件的选择

分别采用水、60%乙醇和无水乙醇为提取溶剂进行超声提取,结果表明,以水为提取溶剂时升麻素的提取率最高.在此基础上,对料液比及提取时间进行了考察,结果表明:料液比为 1 : 25,提取时间为 60 min 时提取率最佳.

### 3.2 流动相与流速的选择

对比考察甲醇-0.1 mol/L 磷酸水溶液(40 : 60,体积比)、甲醇-水(40 : 60,体积比)、甲醇-水(42 : 58,体积比)以及乙腈-水等流动相<sup>[9-10]</sup>,其

中甲醇-水(42 : 58,体积比)为流动相时被测物质能够达到基线分离,分离效果较理想,且重现性良好,故确定其为流动相.考察不同流速对被测物质分离度的影响<sup>[11-13]</sup>,结果表明流速为 1.0 mL/min 时的分离效果最好.

## 4 结论

本文所建立的升麻素含量测定方法简便可行,定量准确,专属性强,具有良好的重复性,可以为升麻药材中升麻素的含量测定提供参考.测定结果显示,在长白山地区范围内,不同产地样品中升麻素的含量无显著差异.

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典[S].北京:中国医药科技出版社,2015:74.
- [2] 金弘德.中国朝医学全书[M].延吉:延边大学出版社,2001:35.
- [3] 宋彦波,年寅,马伟光,等.兴安升麻的化学成分研究[J].云南中医学院学报,2013,36(3):31-34.
- [4] 刘蓓蓓,陈胜璜,陈四保.升麻化学成分及其抗肿瘤活性研究进展[J].中南药学,2012,10(1):53-57.
- [5] 宗晓菲,张慧荣,李博,等.药用植物防风中色原酮类成分的提取[J].贵州农业科学,2012,40(12):176-177.
- [6] 江小燕,王慧珠,桂黎黎,等.升麻素通过调节 2 型细胞因子抑制过敏性炎症[J].中药药理与临床,2014,30(2):28-29.
- [7] 姚梅芬,工岳峰,李展,等.升麻饮片质量标准研究[J].科技导报,2009,27(11):73-76.
- [8] 张涛,朴艳,赵萍,等.长白山区常见药用植物中常规成分的检测及其活性扫描[J].延边大学学报(自然科学版),2011,37(2):166-170.
- [9] 高春,张金超,朱国元,等.升麻族植物药理活性研究进展[J].中草药,2006,37(10):3-6.
- [10] 王冰.中药升麻的质量评价,药代动力学及组织分布研究[D].辽宁中医药大学,2011.
- [11] 李悦悦,王慧,陈俊,等.HPLC 法测定防风中升麻苷、升麻素、5-O-甲基维斯阿米醇苷和亥茅酚苷的含量[J].药学实践杂志,2010,28(6):445-447.
- [12] 王冰,张振秋,孙艳涛.HPLC 切换波长法同时测定升麻中 5 种成分的含量[J].药物分析杂志,2011,31(2):391-394.
- [13] 靳波.升麻提取物制备工艺与质量控制研究[D].成都中医药大学,2011.