

不同地区白术药材及饮片中白术内酯 II 的含量测定

刘玉强*, 甄毕贤, 才谦
(辽宁中医药大学, 辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的: 采用 HPLC 测定不同地区白术药材及饮片中白术内酯 II 的含量。方法: 采用 Tigerkin C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相甲醇-水 (77:23), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 276 nm, 柱温 30 ℃。结果: 测定了 10 个不同产地的白术药材和 20 个不同地区市售白术片及麸炒白术片中白术内酯 II 的含量。结论: 来源于不同地区的白术药材、白术片以及麸炒白术片中白术内酯 II 的含量差别均较大。

[关键词] 白术内酯 II; 白术药材及饮片; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)04-0120-03

Determination of Atractylenolide II in Crude Drugs and Slices of *Atractylodes macrocephala* Koidz. from Different Areas by HPLC

LIU Yu-qiang*, ZHEN Bi-xian, CAI Qian
(Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the content of atractylenolide II in crude drugs and slices of *Atractylodes macrocephala* from different areas by HPLC. **Method:** The samples were separated on Tigerkin C₁₈ column (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) with the mobile phase of methanol-water (77:23). Flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. The detection wavelength was set at 276 nm. Column temperature was maintained at 30 ℃. **Result:** The contents of atractylenolide II in crude drugs from 10 places of origin and slices and processing slices of *A. macrocephala* from 20 regions was determined. **Conclusion:** The contents of atractylenolide II in crude drugs and slices of *A. macrocephala* from different regions was different.

[Key words] atractylenolide II; crude drugs and slices of *Atractylodes macrocephala*; content determination

白术为菊科苍术属植物白术的干燥根茎,在我国安徽、浙江、江西、湖南、四川等大部分地区都有栽培。具有健脾益气、燥湿利水、止汗安胎之功效,适用于脾虚食少、腹胀泄泻、痰饮眩自汗、水肿、自汗、胎动不安等症,生用或炮制应用^[1]。白术根茎中含挥发油、倍半萜内酯化合物、多炔醇类化合物等^[2-7]。本品虽为药典收载,但仍缺少评价药材、饮片质量好坏最重要的含量测定内容,白术中的白术内酯类成分(白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III)为白术的健脾有效成分,也为白术的特征性成

分^[8]。本文采用高效液相色谱法测定了 10 个不同产地的白术药材和 20 个不同地区市售白术片及麸炒白术片中白术内酯 II 的含量。

1 材料

1.1 仪器 Agilent 1100 Series 高效液相色谱仪,紫外检测器,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)。万分级电子分析天平(上海精密科学仪器有限公司); KH-300P 型超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司)。

1.2 试剂 甲醇(分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司), 甲醇(色谱纯,天津市科密欧化学试剂有限公司), 三级水(上海新生源医药有限公司制)。

1.3 试药与药材 白术内酯 II 对照品,为自制,经液相色谱法用归一化法测定,含量 > 98%。白术药

[收稿日期] 20110407(003)

[通讯作者] *刘玉强, 硕士, 讲师, 从事中药药剂及质量控制研究, Tel: 0411-87586010, E-mail: liuyuqiang@126.com

材、白术片及麸炒白术片购自于不同地区,经辽宁中医药大学植物教研室王冰教授鉴定为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的根茎。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Tigerkin C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) 色谱柱,流动相甲醇-水(77:23),柱温30℃,流速1.0 mL·min⁻¹,检测波长276 nm。

2.2 对照品溶液制备 精密称取白术内酯Ⅱ对照品适量,加甲醇制成每1 mL含0.01 mg的溶液,即得。

2.3 供试品溶液制备 取本品粉末(过四号筛)约0.5 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇溶液10 mL,称定质量,超声处理(功率250 W,频率50 kHz)30 min,取出,再称重,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

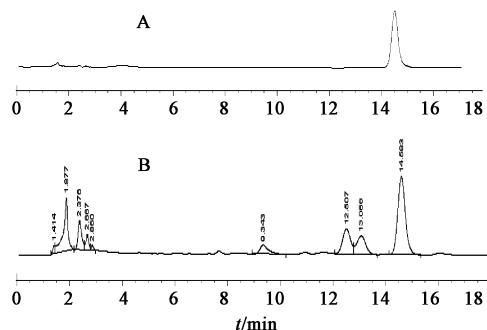


图1 对照品(A)及白术药材(B)供试品(B) HPLC 谱图

2.4 线性关系考察 精密称取白术内酯Ⅱ对照品11.30 mg,置100 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密吸取1 mL置10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,制成每1 mL含0.011 3 mg的对照品溶液,精密吸取2.0,4.0,6.0,8.0,10.0,12.0 μL注入高效液相色谱仪中,测定色谱峰面积,以进样量(μg)为横坐标(X),色谱峰面积为纵坐标(Y),绘制标准曲线,回归方程为 $Y = 7246.144X - 0.62$ ($r = 0.9999$)。由测定结果提示白术内酯Ⅱ进样量在0.022 6~0.135 6 μg线性关系良好。

2.5 精密度试验 精密吸取同一供试品溶液5 μL(河北祁州),连续进样6次,测定色谱峰面积,RSD 2.49%。测定结果提示,本试验精密度试验符合有关规定。

2.6 稳定性试验 取本品(河北祁州),按前述方法操作,制成供试品溶液。精密吸取供试品溶液5 μL,按0,4,8,12,24,48 h时间间隔,分别进样分析,

测定色谱峰面积,RSD 1.13%。测定结果提示:供试品溶液制备后48 h内测定,白术内酯Ⅱ的峰面积无明显变化,说明在此时间内,供试品溶液化学性质稳定。

2.7 重复性试验 取本品6份(河北祁州),每份0.5 g,按前述方法测定白术内酯Ⅱ的含量,结果样品中白术内酯Ⅱ的平均含量为0.018%,RSD 2.81%,重复性良好。

2.8 加样回收率试验 取本品6份(河北祁州,白术内酯Ⅱ含量为0.018%),每份0.25 g,精密称定,置锥形瓶中,加入白术内酯Ⅱ对照品溶液5 mL(浓度为0.011 3 g·L⁻¹),按前述方法测定,测定结果见表1。

表1 白术内酯回收率试验考察

No.	取样量 /g	样品含量 /mg	对照品加入量/mg	实测量 /mg	回收率 %	平均回收率/%	RSD %
1	0.237 2	0.042 7	0.056 5	0.098 4	98.6		
2	0.268 2	0.048 2	0.056 5	0.106 5	103.2		
3	0.256 1	0.046 1	0.056 5	0.102 7	100.2	101.7	2.58
4	0.273 2	0.049 2	0.056 5	0.105 3	99.3		
5	0.274 3	0.049 4	0.056 5	0.108 4	104.4		
6	0.269 8	0.048 6	0.056 5	0.107 6	104.4		

本方法回收率在98.6%~104.4%之间,RSD 2.58%,符合有关规定。

2.9 样品测定结果 分别测定了10个产地白术药材和20个地区市售白术片及麸炒白术片中白术内酯Ⅱ的含量,结果见表2~4。

表2 不同产地白术药材中白术内酯Ⅱ的含量测定(n=2) %

药材产地	白术内酯Ⅱ %
河北祁州	0.019
浙江磐安	0.023
安徽	0.015
四川成都	0.008
河南郸城	0.006
江西	0.012
湖南	0.016
陕西	0.014
山西	0.016
浙江东阳	0.015

表 3 不同地区市售白术片中白术内酯 II 的含量测定 (n = 2) %

样品来源地区	白术内酯 II
河北祁州	0.022
浙江磐安	0.017
安徽	0.018
四川成都	0.012
辽宁本溪	0.020
广东汕头	0.033
湖北宜昌	0.026
重庆	0.014
上海	0.025
吉林长春	0.018
陕西西安	0.009
山西太原	0.015
湖南长沙	0.017
山东烟台	0.018
天津	0.028
甘肃兰州	0.014
浙江杭州	0.021
广东深圳	0.009
辽宁阜新	0.009
江西南昌	0.050

表 4 不同地区市售麸炒白术片中白术内酯 II 的含量测定 (n = 2) %

样品来源地区	白术内酯 II
河北祁州	0.018
浙江磐安	0.011
安徽	0.020
四川成都	0.033
辽宁本溪	0.019
广东汕头	0.071
湖北宜昌	0.034
重庆	0.032
上海	0.014
吉林长春	0.014
陕西西安	0.017
山西太原	0.013
湖南长沙	0.017
山东烟台	0.026
天津	0.017
甘肃兰州	0.008
浙江杭州	0.012
深圳	0.026
辽宁阜新	0.008
江西南昌	0.022

3 讨论

无论是白术药材,白术片还是麸炒白术片中各地区白术内酯 II 的含量均差别较大,如上表 4 麸炒白术片中白术内酯 II 含量最高的样品来自广东汕头,含量达到 0.071%,而含量最低的来自甘肃兰州,含量仅为 0.008%,相差近 10 倍。

有文献报道^[9],由于在炮制过程中苍术酮转变为白术内酯类化合物,导致白术炮制品中白术内酯 II 的含量高于生品。但本实验结果生品和炮制品差异并不明显。虽然本实验的炮制品并非由相应的生品炮制而来,但仍能从生制品各自 20 批的数据看出二者的白术内酯 II 的含量差别不大。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S].2005:68.
- [2] Chen Z L. The Acetylenes from atractylodes macrocephala [J]. Planta Medica,1987,53(5):493.
- [3] 顾玉诚,任丽娟,张岚.中药白术免疫活性成分多糖的研究[J].中国药学杂志,1993,28(5):275.
- [4] 陈仲良.中药白术的化学成分[J].化学学报,1989,47:1022.
- [5] 罗继林.腰痛圣药话白术[J].四川中医,1994(10):23.
- [6] 王燕生.白术成分的研究(第一报)陕产白术脂溶性部位[J].陕西新医药,1980,(4):47.
- [7] 陈建民,俞敏倩,沈银柱,等.组织培养白术和天然白术化学成分的比较[J].植物学报,1991,33(2):164.
- [8] 李伟,文红梅,崔小兵,等.白术健脾有效成分研究[J].南京中医药大学学报,2006,22(6):366.
- [9] 郝延军,桑育黎,贾天柱.白术生品与炮制品中白术内酯 II 含量的研究[J].中华中医药学刊,2008,26(6):1161.

[责任编辑 蔡仲德]