

# 高山红景天饮片质量标准研究

李楠楠, 朱靖伟, 翟宏宇\*, 彭振宇

(吉林省药品检验研究院, 长春 130000)

**摘要:**目的 建立高山红景天饮片的质量标准。方法 采用性状、显微、薄层色谱鉴别对高山红景天饮片进行鉴别, 采用高效液相色谱(HPLC)法测定红景天苷和酪醇的含量。结果 高山红景天样品的形态特征及显微特征明显; 薄层色谱鉴别斑点清晰, 专属性强。红景天苷线性范围为0.498~4.983  $\mu\text{g}$  ( $r=0.9998$ ), 回收率为98.44%, 相对标准偏差(RSD)为2.0% ( $n=9$ ); 酪醇线性范围为0.035~0.353  $\mu\text{g}$  ( $r=0.9997$ ), 回收率为98.05%, RSD为2.8% ( $n=9$ )。结论 本法可靠、准确, 可用于高山红景天的质量控制。

**关键词:** 高效液相色谱; 高山红景天; 质量标准

## 0 引言

高山红景天为吉林省习用中药材, 长白山特产名贵中药材, 景天科植物库页红景天(*Rhodiola Sachalinensis* A. Bor.)的干燥根及根茎。它具有抗缺氧、抗寒冷、抗辐射、抗肿瘤<sup>[1]</sup>以及增强免疫力等疗效, 享有“高原人参”的美誉<sup>[2]</sup>。高山红景天药材标准收载于《吉林省中药材标准<sup>[3]</sup>(2019年版)》(第一册), 但饮片标准尚不完善。本文为了控制饮片的质量, 建立了高山红景天饮片性状、显微、薄层色谱鉴别, 常规检查和含量测定<sup>[4-6]</sup>的方法, 检测了18批高山红景天饮片的质量, 为高山红景天饮片的开发利用提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

Nikon ECLIPSE 80i 显微镜; MS105 电子天平; KQ-250DB 型数控超声波清洗器(昆山超声仪器有限公司); Agilent 1200 高效液相色谱仪; 乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

高山红景天对照药材来源: 中国食品药品检定研究院, 批号 121657-201101。红景天苷对照品来源: 中国食品药品检定研究院, 批号 110818-202210, 含量以 98.8% 计。酪醇对照品来源: 中国食品药品检定研究院, 批号 111676-200602。

### 1.2 含量测定中对照品溶液和供试品溶液的制备

对照品溶液制备: 取适量红景天苷和酪醇对照品, 精

密称量后, 加入甲醇制成每毫升含红景天苷 0.5 mg、酪醇 0.03 mg 的混合溶液。

供试品溶液制备: 取本品粉末(通过三号筛)约 1 g, 精密称量, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 25 mL 甲醇, 称重后进行超声处理(功率 250 W, 频率 50 kHz) 30 min, 冷却后再称重, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 静置, 取上清液, 经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤, 取续滤液即得。

## 2 结果与分析

### 2.1 性状鉴别

本品为高山红景天药材的炮制加工品, 炮制工艺主要包括净制、闷润、切制、干燥。炮制后的性状为“呈类圆形或不规则形片, 大小不等。外表皮深棕色或棕褐色, 切面灰黄色至深棕色。老根中心部常枯朽, 枯朽部分呈黑棕色。体轻, 质脆。气香, 味涩。”

### 2.2 显微鉴别

粉末显微鉴别: 本品粉末灰棕色或棕褐色。木栓细胞表面观呈多角形, 直径 40~80  $\mu\text{m}$ , 侧面观呈长方形。薄壁细胞呈类圆形, 大小不一, 直径 20~40  $\mu\text{m}$ , 内含淀粉粒。导管为环纹和螺纹导管, 直径 12~25  $\mu\text{m}$ 。淀粉粒类球形, 细小, 直径 2~5  $\mu\text{m}$ , 脐点点状。详见图 1。

### 2.3 薄层色谱鉴别

取样品粉末 2 g, 加入 30 mL 甲醇, 超声处理 30 min, 过滤, 滤液蒸干后, 残渣用 1 mL 甲醇溶解, 制成供试品溶液。另取 2 g 高山红景天对照药材, 按同样

第一作者: 李楠楠, 硕士, 主管药师, 研究方向为中药材和中药质量标准的制定与提高。

\* 通信作者: 翟宏宇, 硕士, 主任药师, 中药与民族药检验室主任, 研究方向为中药材和中药质量标准的制定与提高。E-mail: nannan@126.com

方法制备对照药材溶液。再取红景天苷和酪醇对照品, 用甲醇配制成每毫升各含 0.5 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。按照薄层色谱法《中华人民共和国药典》2020 年版<sup>[7]</sup> 四部通则 0502) 进行试验, 吸取上述三种溶液各 5~10  $\mu\text{L}$ , 分别点在同一个硅胶 G 薄层板上, 使用三氯甲烷-甲醇-丙酮-水(6:3:1:1)下层溶液作为展开剂, 展开后取出晾干, 置于碘蒸汽中熏至斑点清晰。供试品色谱图中, 在与对照药材色谱图和对照品色谱图相应位置上, 应显示相同颜色的斑点。详见图 2。

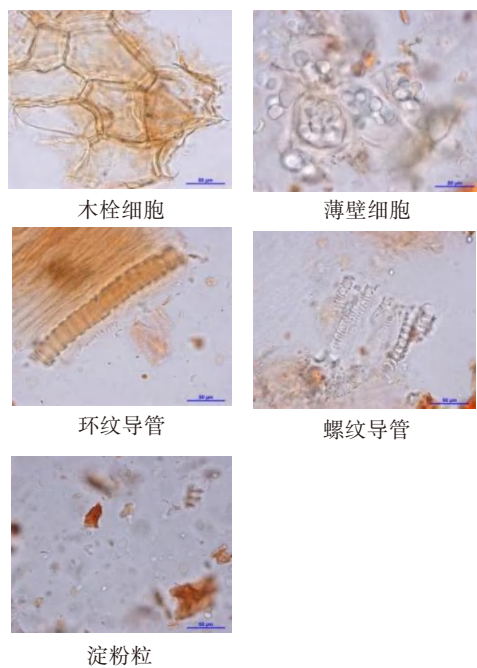
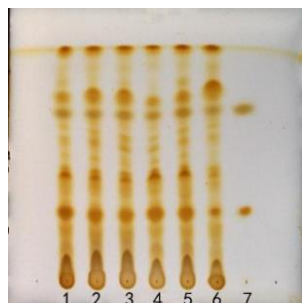


图 1 显微鉴别图



注: 1~5—高山红景天饮片样品; 6—高山红景天对照药材; 7—红景天苷和酪醇混合对照品。

图 2 薄层色谱图

#### 2.4 水分、总灰分、酸不溶性灰分和浸出物

(1)水分: 按照药典 2020 年版四部通则 0832 水分测定法(烘干法), 18 批样品的水分测定值在 7.5%~10.1% 之间, 规定水分不得过 13.0%。

(2)总灰分: 按照药典 2020 年版四部通则 2302 灰分测定法(总灰分测定法), 18 批样品的总灰分测定值在 3.3%~5.5% 之间, 规定总灰分不得过 8.0%。

(3)酸不溶性灰分: 按照药典 2020 年版四部通则 2302 灰分测定法(酸不溶性灰分测定法) 18 批样品的酸不溶性灰分测定值在 0.6%~1.4% 之间, 规定酸不溶性灰分限度为 2.0%。

(4)浸出物: 按照药典 2020 年版四部通则 2201 浸出物测定法, 采用醇溶性热浸法测定浸出物, 以 70% 乙醇作为溶剂, 18 批样品的浸出物测定值在 30.8%~40.1%, 规定浸出物限度为不得少于 25.0%。

#### 2.5 红景天苷和酪醇含量测定

##### 2.5.1 色谱条件

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 乙腈-水(5:95)为流动相; 柱温 35  $^{\circ}\text{C}$ ; 检测波长 278 nm。在上述色谱条件下, 测定红景天苷和酪醇混合对照品溶液、高山红景天供试品溶液, 色谱图见图 3 和图 4。

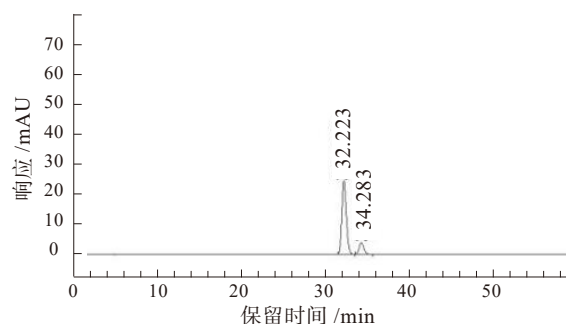


图 3 红景天苷和酪醇对照品色谱图

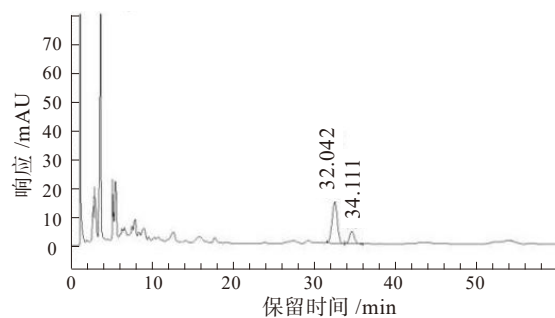


图 4 高山红景天供试品色谱图

##### 2.5.2 方法学考察结果

(1)线性关系考察: 取红景天苷、酪醇对照品, 精密称定, 加入甲醇制成每 1 mL 含红景天苷 0.4983 mg、酪醇 0.03528 mg 的混合溶液。分别精密吸取上述对照品溶液 1、3、5、7  $\mu\text{L}$  和 10  $\mu\text{L}$ , 注入液相色谱仪, 记录峰面积。以进样量( $\mu\text{g}$ )为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。结果表明, 红景天苷对照品进样量在 0.498~4.983  $\mu\text{g}$  范围内, 酪醇对照品进样量在 0.035~0.353  $\mu\text{g}$  范围内, 进样量与峰面积呈良好的线性关系, 其红景天苷回归方程为  $Y=348.254X-23.330(r=0.9998)$ , 酪醇回归方程为  $Y=814.596X-0.012(r=0.9997)$ 。

(2)重复性试验: 分别取6份样品粉末(过三号筛)约1 g, 精密称定, 制备供试品溶液6份, 计算, 6份样品测得红景天苷含量的平均值为0.50%, 相对标准偏差(RSD)为1.3%( $n=6$ ), 酪醇含量的平均值为0.057%, RSD为1.7%( $n=6$ )。试验结果表明重复性良好。

(3)精密度试验: 制备供试品溶液并连续测定6次。结果显示, 红景天苷峰面积的RSD为1.4%( $n=6$ ), 酪醇峰面积的RSD为0.9%( $n=6$ )。试验结果表明, 精密度良好。

(4)回收率试验: 准确称取红景天苷对照品和酪醇对照品, 加入甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成对照品储备液。其中, 红景天苷浓度为0.4694 mg/mL, 酪醇浓度为0.0642 mg/mL。分别取9份供试品约1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 分别精密加入上述对照品储备液5、10、15 mL, 每个浓度三份, 再分别精密加入甲醇20、15、10 mL, 按供试品溶液的制备方法提取、测定, 计算回收率。结果显示, 红景天苷回收率为98.44%, RSD为2.0% ( $n=9$ ); 酪醇回收率为98.05%, RSD为2.8% ( $n=9$ )。

(5)稳定性试验: 精密吸取同一供试品溶液10  $\mu$ L, 分别在0、1、5、12、36、60 h进样, 计算峰面积的RSD值。红景天苷RSD为1.2% ( $n=6$ ), 酪醇RSD为1.3% ( $n=6$ )。结果显示, 供试品溶液中的红景天苷和酪醇在60 h内保持稳定。

(6)样品测定结果及含量限度确定: 测定18批样品中红景天苷和酪醇的含量, 结果见表1。红景天苷含量的平均值为0.333%, 酪醇含量的平均值为0.038%。考虑高山红景天饮片在炮制过程中存在淋水闷润的过程, 与原药材比两者含量均下降, 高山红景天药材的限度为按干燥品计算红景天苷不得少于0.200%, 酪醇不得少于0.020%。故饮片的限度比药材的限度略下降10%, 饮片的限度暂定为按干燥品计算红景天苷不得少于0.18%, 酪醇不得少于0.018%。

表1 高山红景天样品含量测定结果

饮片编号	红景天苷含量 /%	酪醇含量 /%
1	0.3	0.039
2	0.26	0.04
3	0.21	0.033
4	0.3	0.04
5	0.25	0.037
6	0.22	0.037
7	0.24	0.033
8	0.21	0.03
9	0.32	0.032

续表

饮片编号	红景天苷含量 /%	酪醇含量 /%
10	0.28	0.02
11	0.48	0.056
12	0.32	0.042
13	0.29	0.045
14	0.61	0.037
15	0.54	0.061
16	0.68	0.035
17	0.23	0.032
18	0.26	0.035

### 3 讨论与结论

因此, 本研究中通过对红景天苷和酪醇的HPLC方法的建立以及对18批高山红景天饮片的鉴别和测定<sup>[8-10]</sup>, 制定了科学的限度, 为高山红景天饮片法定标准的建立提供依据。本研究中通过性状鉴别、显微鉴别、薄层色谱鉴别、检查浸出物及含量测定方法建立了高山红景天饮片的检测方法, 为高山红景天饮片的标准的建立提供了理论依据, 有利于高山红景天饮片使用的标准化。

### 参考文献

- [1] 郭娜, 接伟光, 张颖智, 等. 红景天属植物生长和红景天苷含量影响因素研究进展[J]. 国土与自然资源研究, 2018, 17(4): 92-93.
- [2] 盛长忠, 元英进, 姜燕, 等. 库页红景天的研究进展[J]. 中草药, 2004, 6(35): 699-701.
- [3] 吉林省药品监督管理局. 吉林省中药材标准[M]. 北京: 吉林科学技术出版社, 2019.
- [4] 未晓巍, 宁思淇. 高山红景天中红景天苷的提取与HPLC测定研究[J]. 吉林师范大学学报, 2015, 8(3): 129-131.
- [5] 彭振宇, 隋思博. 高山红景天在药品检验中含量测定方法研究[J]. 中西医结合心血管病杂志, 2018, 7(6): 23-25.
- [6] 周凡, 陈雪梅, 范文玺, 等. 红景天属植物化学成分研究进展[J]. 中国中医药信息杂志, 2013, 7(20): 108-109.
- [7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典四部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [8] 张早华, 储戟农, 林文翰, 等. HPLC测定红景天注射液酪醇的含量[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(22): 1775-1776.
- [9] 王洋, 张璞, 于涛, 等. 高效液相色谱法测定红景天苷含量方法的研究[J]. 植物研究, 2001, 21(1): 113-115.
- [10] 王晓勤. HPLC测定6种青海产红景天植物中红景天苷的含量[J]. 中国药学杂志, 2000, 35(8): 513-514.