

分离提取液, 定容, HPLC法测定甘草次酸浓度, 计算提取率(表 4)。

3.3 索氏提取法: 称取一定量烘干后的甘草根茎粉, 以液固比 15: 1加入 95% 乙醇, 索氏提取 8 h, 分离提取液, 定容。HPLC法测定甘草次酸浓度, 计算提取率(表 4)。

表 4 不同提取方法甘草次酸的测定结果 (n= 3)

Table 4 Results of glycyrrhetic acid analysis by different extraction methods (n= 3)

方法	提取时间 /h	液固比	甘草次酸提取率 %
超临界萃取	2	5: 1	0.018 7
超声提取	1	15: 1	0.003 7
索氏提取	8	15: 1	0.001 4

由表 4可见, 超声提取法和索氏提取法的提取率偏低, 超临界萃取的甘草次酸的萃取率是超声提取法的 5倍, 是索氏提取法的 13倍, 且溶剂用量小, 周期短。由此可见, 超临界萃取是提取甘草次酸非常有效的方法。

#### 4 讨论

应用超临界萃取法是当前中草药有效成分提取方法的发展方向, 具有提取温度低, 提取率高, 溶剂用量少, 时间短等优点。以上结果表明, 从甘草生药中提取含量较少的甘草次酸时, 采用超临界萃取法较索氏提取法和超声法具有明显的优势。

#### References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I  
 [2] Hatano T, Yasuhara T, Miyamoto K, et al. Antihuman immunodeficiency virus phenolics from licorice [J]. *Chem Pharm Bull*, 1988, 36(6): 2286.  
 [3] Yang JN, Zhu M. The research development of pharmacological effect of glycyrrhetic acid and its derivatives [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 1997, 13(2): 110-114.  
 [4] Ye S Q, Tang X Y. The research status of licorice on medicine [J]. *Shizhen J Tradit Chin Med Res* (时珍国药研究), 1997, 8(1): 75-76.  
 [5] Wang S C. The discuss of industrialization application on supercritical CO<sub>2</sub> extraction [J]. *Inf Chem Ind Des* (化工设计通讯), 1999, 25(2): 43-45.

## HPLC法测定药用甘薯西蒙I 号中咖啡酸的含量

徐平声, 戴智勇, 谭桂山\*

(中南大学湘雅医院 药剂科, 湖南 长沙 410008)

摘要: 目的 建立测定西蒙I 号叶中有效成分含量的方法, 比较不同年份的西蒙I 号叶中咖啡酸的含量差异。方法 采用 HPLC对西蒙I 号叶中咖啡酸的含量进行测定。结果 咖啡酸在 10.33~ 165.28 μg/mL具有良好的线性关系, 平均回收率为 99.38%, RSD= 1.36% (n= 6)。结论 该方法灵敏、准确、专属性强, 适用于西蒙I 号药材中咖啡酸的测定。

关键词: 西蒙I 号; 咖啡酸; 高效液相色谱

中图分类号: R286.0 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2003)01-0033-03

### Determination of caffeic acid in leaves of *Ipomoea batatas* (SimonI) by HPLC

XU Ping-sheng, DAI Zhi-yong, TAN Gui-shan

(Department of Pharmacy, Xiangya Hospital, Central South University, Changsha 410008, China)

**Abstract Object** To develop a method for the determination of caffeic acid in SimonI. **Methods** An HPLC method was developed. Kromasil Cs column and methanol-acetic acid as mobile phase. **Results** Linearity was found in the range of 10.33-165.28 μg/mL, the average recovery was 99.38%, RSD= 1.36% (n= 6). **Conclusion** This method is reliable, accurate and suitable for the determination of caffeic acid.

**Key words** *Ipomoea batatas* (L.) Lam. (SimonI); caffeic acid; HPLC

西蒙I 号(引种巴西甘薯)干叶为旋花科植物甘薯属药用甘薯 *Ipomoea batatas* (L.) Lam. 的干燥

\* 收稿日期: 2002-03-15

基金项目: 湖南省中医局重点资助课题(98008)

作者简介: 徐平声(1964-), 男, 湖南长沙人, 副主任药师, 主要从事天然药物化学及中药新药研究, 发表论文 10余篇。

Tel (0731)4327460 E-mail xups2000@hotmail.com

叶片<sup>[1,2]</sup>。该植物从巴西引种至我国,先后在北京、徐州、湖南、四川等地种植,主要作药用。临床用于治疗血小板减小症、糖尿病及抗肿瘤具有较好的疗效,可增强免疫功能<sup>[3-6]</sup>。药效学实验证明咖啡酸及其同系物为其主要活性成分<sup>[7]</sup>。本文报道了采用 HPLC 法测定西蒙 I 号干叶中咖啡酸的含量的方法

## 1 仪器与试剂

HP 1050液相色谱仪(美国惠普公司),可变波长紫外检测器(美国惠普公司) 咖啡酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号: 885-200001) 西蒙 I 号干叶由湖南省农业科学院提供,经中南大学药学系生药学教研室曾嵘副主任药师鉴定。色谱用甲醇(Tedia公司),其余试剂均为分析纯

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil Cs (4.6 mm×200 mm, 5 $\mu$ m); 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 流动相: 甲醇-1% 醋酸水溶液 (35: 65); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 318 nm; 进样量: 5 $\mu$ L

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取 10.33 mg 咖啡酸对照品,置 10 mL 量瓶中加入适量甲醇使溶解,并稀释至刻度,摇匀,作为贮备液(每毫升含咖啡酸 1.033 mg)

2.3 样品溶液的制备: 分别精确称取 1997、1998、1999 年采集的西蒙 I 号叶粗粉 10 g 置于 200 mL 圆底烧瓶中,精密加入甲醇 100 mL,称定质量,回流,冷却,用甲醇补足减失质量,用微孔滤膜过滤,取续滤液 10 mL 备用。

2.4 线性关系考察: 精密吸取以上咖啡酸贮备液 (1.033 mg/mL) 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 mL 置于 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释到刻度,摇匀,分别进样 5 $\mu$ L,以峰面积与对应浓度 ( $\mu$ g/mL) 绘制标准曲线,得回归方程:  $Y=2.080X-4.810$ ,  $r=0.9998$  结果表明: 咖啡酸浓度在 10.33~165.28 $\mu$ g/mL 与峰面积呈良好线性关系。色谱图见图 1

### 2.5 方法学考察

2.5.1 精密度试验: 取浓度为 10.33 $\mu$ g/mL 的咖啡酸对照品溶液,重复进样 5 次,测得峰面积的 RSD 为 0.978%。

2.5.2 稳定性试验: 取供试样品溶液,分别于制备后 0, 1, 3, 5, 7 h 依法测定,结果峰面积的 RSD 为 1.47%。

2.5.3 重现性试验: 取同一批号西蒙 I 号药材 5 份,分别按 2.3 项下方法制备,测定其咖啡酸的峰面积, RSD 为 2.84%。

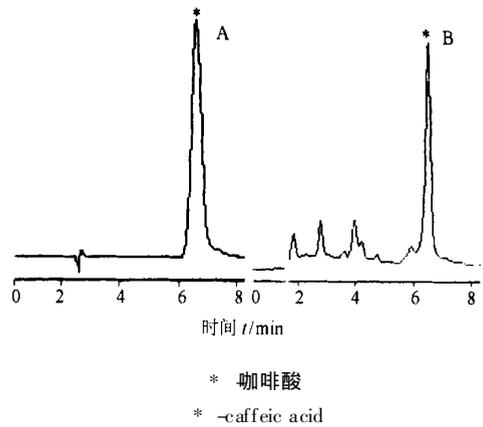


图 1 咖啡酸对照品 (A) 和西蒙 I 号 (B, 1998 年采集) 的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC chromatogram of caffeic acid (A) and Simon I (B, collected in 1998)

2.5.4 回收率试验: 取已知含量的西蒙 I 号叶 6 份,分别精密加入咖啡酸对照品,按 2.3 项下方法制成供试液,每次进样 5 $\mu$ L,并测定其咖啡酸的含量,计算加样回收率,平均回收率为 99.38%, RSD 为 1.36% ( $n=6$ )。

2.6 样品测定结果: 取样品溶液 5 $\mu$ L,注入液相色谱仪测定,结果见表 1

表 1 西蒙 I 号叶中咖啡酸的含量 ( $n=5$ )

Table 1 Content of caffeic acid in leaf of Simon I ( $n=5$ )

采集时间	咖啡酸含量 %	RSD %
1997年	0.029 2	3.27
1998年	0.047 3	3.88
1999年	0.031 6	1.59

## 3 讨论

3.1 经测定西蒙 I 号叶中咖啡酸含量分析发现,不同年份的西蒙 I 号叶中咖啡酸含量变化幅度较大: 1998 年西蒙 I 号叶中咖啡酸的含量明显高于 1997 年、1999 年,这可能与当年的气温、降水及采收时间等因素有关

3.2 有关咖啡酸的测定方法文献报道较少,由于咖啡酸结构类似于阿魏酸<sup>[8]</sup>,通过实验摸索,建立了 HPLC 法测西蒙 I 号叶中咖啡酸的含量,方法简便,专属性强,灵敏度高,重现性好,适用于药材中咖啡酸的含量测定

3.3 在采用 HPLC 法测西蒙 I 号叶中咖啡酸的含量时,曾采用多种不同配比的流动相,通过试验证明以 MeOH-1% HAc (35: 65) 为流动相,可达到较为理想分离效果

3.4 在目标成分提取过程中,曾采用多种方法: ① 药材用甲醇回流提取 2 h,过滤,回收甲醇,残留物

用热蒸馏水溶解,乙酸乙酯多次萃取,回收乙酸乙酯,残留物甲醇溶解定容;② 甲醇超声提取;③ 甲醇回流提取 经实验发现,方法① 不仅过程繁琐费时,且目标成分咖啡酸提取不完全,所测 1998年西蒙I号叶中咖啡酸的含量仅为 0.001 8%;方法② 所得提取液中,所测 1997年西蒙I号叶中咖啡酸的含量仅为 0.007 4%,明显低;方法③ 操作简便,咖啡酸的提取较完全

#### References

- [1] You Y, Zhang H J. Studies on embryogenesis and regeneration of sweet potato (Simon I) in tissue culture [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 30(1): 56-59.
- [2] Tan G S, Xu P S, Dai Z Y, et al. Studies on the chemical compounds of *Ipomoea batatas* [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 1995, 4(7): 44.
- [3] Qian K N, Xu P S, Liang X M. First step research on the

- pharmacological function of leaf of Simon I [S]. *Pharmacol Clin Mater Med* (中药药理与临床), 1990, 6(1): 2-5.
- [4] Li S R, Tang G C, Qi Z H, et al. Observation of Simon I treatment effectiveness on 50 cases with thrombocytopenia [J]. *J Clin Hematol* (临床血液杂志), 1992, 5(1): 8-10.
  - [5] Feng X C, Yan Y P. Observation of preparation of sweet batatas (Simon I) treatment effectiveness on 32 cases of allergic purpura of child [J]. *J Xuzhou Med Coll* (徐州医学院学报), 1999, 19(1): 80-81.
  - [6] Xu J H, Wu G T, Ye Q L, et al. Studies on the anti-tumor action of the petiole and leaves of Simon I. [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med* (中药药理与临床), 1998, 14(6): 32-34
  - [7] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Components in Plant Medicine* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.
  - [8] Zhang L K, Chen X W, Zou A Q. Determination of ferulic acid and tetramethylpyrazine in compound Chinese medical prescription by RP-HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27(4): 213.

## 薄层扫描法测定木瓜中齐墩果酸的含量

都述虎,饶金华,耿武松\*

(安徽省医学科学研究所,安徽 合肥 230061)

**摘要:**目的 建立木瓜中齐墩果酸的含量测定方法。方法 采用双波长薄层扫描法,以氯仿-甲醇(40:1)为展开剂,10%硫酸乙醇液为显色剂,测定波长为 $\lambda_s=640\text{ nm}$ , $\lambda_R=535\text{ nm}$ 。结果 木瓜中其他成分对齐墩果酸的测定无干扰,线性范围为2.272~11.360 $\mu\text{g}$ ,平均回收率为98.29%,RSD为2.07%。结论 该方法操作简便、准确,可用于木瓜的质量监控。

**关键词:**木瓜;齐墩果酸;薄层扫描法

中图分类号:R286.02;R286.02 文献标识码:B 文章编号:0253-2670(2003)01-0035-03

### Determination of oleanolic acid in *Fructus Chaenomeles* by TLCS

DU Shu-hu, RAO Jin-hua, GENG Wu-song

(Anhui Institute of Medical Sciences, Hefei 230061, China)

**Key words** *Fructus Chaenomeles*; oleanolic acid; TLCS

木瓜为蔷薇科植物皱皮木瓜 *Chaenomeles speciosa* (Sweet) Nakai的干燥近成熟果实。我国大部分地区均有栽培,其中产于安徽宣州的称宣木瓜,品质较好,为道地中药材,在古代以充上贡之品。木瓜主要化学成分为有机酸(齐墩果酸、苹果酸、酒石酸、柠檬酸、抗坏血酸、反丁烯二酸、乙酰熊果酸、3-O-乙酰坡模醇酸、桦木酸等)、氨基酸、10-廿九烷醇、 $\beta$ -甾醇、维生素C、皂苷、黄酮类、鞣质等,另外种子含氢氰酸<sup>[1-3]</sup>。其中,齐墩果酸有消炎抑菌、降转氨

酶作用。对四氯化碳引起的大鼠急性肝损伤有明显的保护作用,还有促进肝细胞再生、防止肝硬化、强心、利尿、升白、降血脂、降血糖、增强有机体免疫功能、抑制变态反应等作用<sup>[4]</sup>。且在药材中主要以单体形式存在。目前木瓜中齐墩果酸的含量测定多采用比色法<sup>[5]</sup>。本实验采用薄层扫描法测定了不同产地的木瓜中齐墩果酸的含量,为控制该药质量提供可行依据。

#### 1 仪器与试剂

\* 收稿日期: 2002-02-25

基金项目:安徽省“十五”重大科技专项资助课题(Z064004);安徽省优秀青年科技基金(皖科基[2001]02-23)

作者简介:都述虎(1962-),男,副研究员,博士生,1987年毕业于安徽中医学院药学专业,1998年获中国药科大学药物分析专业硕士学位,2001年至今攻读中国药科大学药物分析专业博士学位,现在安徽省医学科学研究所药物化学研究室工作,从事天然药物中有效成分的提取分离和检测工作,发表论文20余篇。Tel (0551)2828461 E-mail shuhudu@yahoo.com.cn