

较多,要及时拔除,结合除草进行中耕,一般需中耕 3~4 次。早期中耕宜深,以后渐浅,以免伤根。追肥以氮肥为主,在五叶期时适当追施一次,一般地块追施尿素 150 kg/hm²,越冬前要盖 2 cm 厚的腐熟农家肥,以利越冬;第二年植株返绿时追施尿素 10 kg 左右;五月中旬追施尿素 15 kg;在开花前 20 d,每 7 天叶面喷施磷酸二氢钾一次。追肥后立即灌水,后期视苗情适量灌水,保持地面湿润即可,且忌水涝。

4.4 防治虫害:细叶益母草在生长过程中的虫害主要是蚜虫,可用 1 000 倍的菊马乳油或 40%乐果乳剂 1 500 倍液进行喷洒,注意忌用剧毒型农药,采收前 30 d 停止用药。

4.5 采收加工:细叶益母草生长 2 年即可采收。当夏、秋间花开时,割取地上全草,除去杂质,切段,晒干备用。

5 小结

开展人工引种、栽培细叶益母草,是解决资源面临濒危状态和供求矛盾的有效途径之一。在临近野

生生地帯开展人工驯化栽培,结果表明:人工栽培的细叶益母草适应性强,生长状况良好,其产量和经济效益都很可观,经甘肃张掖市药品检验所化验,栽培种含盐酸水苏碱(C₇H₁₃NO₃)达 0.52%,与野生种盐酸水苏碱(C₇H₁₃NO₃)0.56%相接近,且明显高于《中国药典》2000 年版中记载的益母草生物碱质量分数限度,可进一步大面积推广种植。

References:

[1] Delectis Florae Reipublicae Populicae Sinicae, Agendae Academiae Sinicae Edita. *Flora Reipublicae Popularis Sinicae* (中国植物志) [M]. Beijing: Science Press, 1998.
[2] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1999.
[3] Edited by Institute of Materia Medica and Institute of Development of Resources of Medicinal Plant, Chinese Academy of Medical Sciences. *Record of Chinese Materia Medica* (中药志) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1988.
[4] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.
[5] Zhang E D, Zhen H C. *Protection of Endangered Wild Animals and Plant Resources in China* (中国濒危野生动物资源的保护) [M]. Shanghai: The Second Military Medical University Publisher, 2000.

RP-HPLC 法测定木蝴蝶中黄芩苷

王克英

(贵州省药品检验所,贵州 贵阳 550004)

木蝴蝶为紫葳科木蝴蝶 *Oroxylum indicum* (L.) Vent. 的干燥成熟种子。具有清肺利咽、疏肝和胃作用。木蝴蝶为常用中药,也是中药复方制剂的常用药。为《中国药典》历版收载的品种,2000 年版质量控制仅限于鉴别项,为此 2005 年版一部重新起草修订该品种。木蝴蝶其主要有效成分为黄芩苷,为控制其质量,笔者在起草质量标准时,采用 RP-HPLC 测定木蝴蝶的黄芩苷。通过测定 20 批不同产地木蝴蝶,实验结果稳定,重现性好,为新版药典木蝴蝶品种质量控制,提供了可靠的依据。

1 仪器与试剂

惠普 1100 高效液相色谱仪,超声波清洗器(北京医疗设备二厂),实验所用甲醇为色谱纯,磷酸为分析纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯。黄芩苷对照品购自中国药品生物制品检定所。木蝴蝶药材来自全国 20 个产地,20 批样品见表 1。

2 方法与结果

表 1 木蝴蝶样品中黄芩苷测定结果(n=3)

Table 1 Determination of baicalin in <i>O. indicum</i> (n=3)		
产地	来源	黄芩苷/%
江苏	南京药业	3.94
贵州	铜仁中药饮片厂	4.87
广州	广州药材公司	2.62
云南	云南药材公司	4.60
深圳	深圳	4.10
贵州	黔南中药饮片厂	3.60
青岛	青岛国风集团公司	3.38
湖北	湖北	3.59
西宁	西宁中药加工厂	3.73
广西	天津	3.40
甘肃	黄河市场	5.51
成都	六盘水	4.30
宁夏	宁夏	4.60
安徽	浙江	4.32
六马	贵州安顺	4.68
江西	江西	4.47
山东	山东	6.32
贵州	贵阳济仁堂	3.70
云南	成都荷花池	5.18
成都	成都	4.32

2.1 色谱条件: 色谱柱: Diamonsi/C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm, 流动相: 甲醇-水-磷酸 (45 : 55 : 0.2), 体积流量: 1.0 mL/min, 检测波长 280 nm; 理论塔板数按黄芩苷计算应不低于 3 000, 进样量 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加 50% 甲醇制成 80 μg/mL 溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取木蝴蝶 (通过三号筛) 粉末约 0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加 70% 乙醇 50 mL, 称定质量, 置水浴上回流 30 min, 放冷, 用 70% 乙醇补足质量, 滤过, 用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4 可行性试验: 分别取供试品溶液与黄芩苷对照品溶液各 10 μL, 注入高效液相色谱仪中, 在上述色谱条件下测定, 色谱图见图 1。

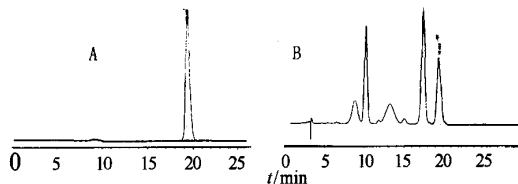


图1 黄芩苷对照品(A)和木蝴蝶样品(B)HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of baicalin and *O. indicum*

2.5 线性关系考察: 精密称取黄芩苷对照品适量, 加 50% 甲醇制成 163.68、491.04、818.4、1 145.76、1 436.2 μg/mL 溶液。精密吸取上述溶液各 10 μL, 按顺序进样, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积为纵坐标, 黄芩苷质量浓度为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程: $Y = 26.155X + 2.842$, $r = 0.9993$ 。结果表明黄芩苷在 0.163 68~1.436 25 μg 与峰面积的线性关系良好。

2.6 精密度试验: 精密吸取同一对照品溶液 10 μL, 重复 5 次, 黄芩苷峰面积 RSD 为 2.70% ($n = 5$), 精密度良好。

2.7 稳定性试验: 取本品制备供试品溶液, 精密吸取供试品溶液 10 μL, 每 5 h 进样一次, 各测 5 次, 黄芩苷峰面积 RSD 为 0.94%, 可见供试品溶液中黄芩苷在 20 h 内稳定。

2.8 重现性试验: 取山东产地的木蝴蝶 (通过三号筛), 平行制备 5 份供试品溶液, 进样, 5 份样品中黄芩苷质量分数的 RSD 为 2.16%。

2.9 回收率试验: 采用加样回收法。精密称取已知质量分数 (6.27%) 样品, 各 5 份, 分别精密加入一定量的黄芩苷对照品溶液, 按供试品溶液的制备方法处理, 在上述色谱条件下测定黄芩苷, 计算回收率, 结果平均回收率为 102.55%, RSD 为 0.78%。

2.10 样品测定: 取本品按上述方法制备供试品溶液, 分别精密吸取供试品溶液和黄芩苷对照品溶液各 10 μL, 注入高效液相色谱仪中, 按上述色谱条件测定, 按外标法计算供试品溶液中的黄芩苷, 结果见表 1。

3 讨论

3.1 样品的制备: 木蝴蝶中翼纤维较多不易打成粉末, 故在打粉之前剪掉种翼, 粉末应通过三号筛。

3.2 样品提取的选择: 通过实验预试得知木蝴蝶含成分比较复杂, 高效液相测出峰较多, 因此本实验采用 50%、70% 不同浓度的乙醇考察, 用不同时间 30、60 min 超声和回流提取方法, 进样分析, 结果表明采用 70% 乙醇回流 30 min: 黄芩苷量最高。故选用了该方法。

3.3 流动相的选择: 本实验考察了甲醇-水-磷酸 (49 : 51 : 0.2); (47 : 53 : 0.2); (45 : 55 : 0.2); 结果以 (45 : 55 : 0.2) 分离效果最佳。故予以采用。

通过实验结果表明本实验选用的方法, 测定木蝴蝶中黄芩苷, 色谱分离度好, 样品测定稳定, 重线性好, 精密度高, 可控制木蝴蝶药材的质量。

RP-HPLC 法测定沙苑子中沙苑子苷

刘春宇¹, 孙雄华¹, 张经硕¹, 胡延维¹, 顾振纶²

(1. 苏州大学医学院 药理学系, 江苏 苏州 215007; 2. 苏州大学医学院 药理教研室, 江苏 苏州 215007)

沙苑子, 又名潼蒺藜, 为豆科植物扁茎黄芪 *Astragalus complanatus* R. Br. 的种子, 是补益肝肾的

传统中药。主要含有黄酮类、三萜类、有机酸类、氨基酸、多肽、蛋白质、甾醇、多糖及铁、锌、锰、铜等微量

收稿日期: 2004-09-21

作者简介: 刘春宇 (1961—), 女, 副教授, 主要从事中药有效成分及药理作用研究。

Tel: (0512) 65221518 E-mail: chunyu@public1.sz.js.cn