

定二阶导数光谱,并测量振幅高度,结果见表1。回归方程为

$Y=0.549+4.221X, r=0.9998。$

表 1 标准曲线数据测定结果

对照品浓度 (μg/mL)	1.68	3.36	5.04	6.72	8.40
振幅值 y(cm)	7.50	14.82	22.11	28.63	36.05

表 2 样品测定结果

样品批号	910204	910308	910203	950121
取样量 (μg/mL)	13.05	11.97	13.08	11.99
测得量 (μg/mL)	12.79	11.80	12.88	11.73
振幅值 (cm)	9.26	9.30	9.31	9.24
标示量 (%)	97.83	98.56	98.33	97.50

2.4 样品测定:精密称取样品 10 片,研细,精密称取 4 片量置索氏提取器内,以 1 mol/L 盐酸溶液湿润,放置 30 min,用氯仿回流提

取至溶液无色,水浴挥干氯仿,用甲醇洗至 10 mL 量瓶中,甲醇定容。精取 1 mL 至 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,按标准曲线法操作,结果见表 2。

2.5 回收试验:精密吸取样品溶液,加入对照品溶液,按上述方法进行测定,结果回收率为 99.69%(n=5),RSD=1.1%。

3 讨论

3.1 花锚素的甲醇溶液,浓度在 1.68~8.40 μg/mL 时,其浓度和二阶导数振幅有良好的线性关系。

3.2 用导数光谱法测定,操作方便,省时。

(1997-08-25 收稿)

Determination of Active Principle of Yiganning Tablet by 2nd Derivative Spectroscopy

Gao Xiaofan, Zhang Qilong, Wang Hong (Qinghai Provincial Institute for Drug Control, Xining 810000)

Abstract A 2nd derivative spectroscopic method for the determination of active Principle of Yiganning tablet has been established. Experimental results showed that the method is simple, specific, accurate, stable and highly sensitive.

Key Words Yiganning Tablet *Halenia elliptica* 2nd Derivative Spectrometer

栾树枝叶中没食子酸及甲酯、乙酯
提取方法及含量测定

中国医药研究开发中心(北京 102206) 申雅维* 马广恩

摘 要 采用高效液相法对栾树不同溶剂提取物中没食子酸及甲酯、乙酯进行含量测定,比较了不同浓度乙醇对没食子酸乙酯浸出的影响。

关键词 栾树 没食子酸 没食子酸甲酯 没食子酸乙酯 含量测定

栾树属 *Koelreuteria* Laxm. 为无患子科植物,该属植物全世界共有 4 种,3 种产于我国,分布于我国大部分省区,资源丰富^[1]。该属植物枝叶对多种细菌、真菌有抑制作用^[2,3],没食子酸乙酯及没食子酸是其抑菌有

效成分^[4]。我们对栾树提取物的生物活性研究中还发现其有多种生物活性,其中没食子酸及没食子酸乙酯是主要成分。为此,我们用 HPLC 方法测定了没食子酸及没食子酸乙酯的含量,并考查了提取溶剂对植物中没食子

* Address: Shen Yawei, National Institute of Pharmaceutical Research & Development, Beijing
申雅维 女,助理研究员。1986 年毕业于沈阳药科大学,获学士学位,分配到中国医药研究开发中心工作。先后从事抗癌药物及免疫抑制剂的筛选工作, TLC 和 HPLC 测定。发表论文 1. 去甲斑蝥酸钠对 CHO、HeLa 和少儿包皮细胞的杀伤效应[解剖学报, 1991; 22(3): 271]。2. 传统中药对人扁桃体单核细胞及小鼠脾细胞增殖作用影响的 MTT 法测定(天然药物国际研讨会 1995 年论文摘要, 中国 北京: 1995-10), 在本项中负责有效成分的 HPLC 测定, 以及抗菌和免疫测定等工作。

酸及乙酯浸出的影响。初步结果表明没食子酸甲酯及乙酯可能为天然形式存在该植物提取物中。

1 仪器与药品

1.1 仪器:Waters 高效液相色谱仪 510 型, 486 检测器,740 型记录仪,Waters 自动梯度混合仪。试剂:甲醇、醋酸为分析纯。对照品:没食子酸乙酯、没食子酸甲酯,本实验室合成;没食子酸购自中国医药公司,本实验室纯化。药材:栎树 *Koelreuteria paniculata* Laxm. 采自北京,本单位中药室邱声祥鉴定。硅胶 GF₂₅₄ 预制板,青岛海洋化工厂;展开剂正丁醇-醋酸-水-乙酸乙酯(30:5:2:10);显色 FeCl₃ 2% 甲醇溶液。

1.2 色谱条件:柱 C₁₈ 250 mm×4.6 mm 柱,北京分析仪器厂,C₁₈ 预柱;流动相:A:甲醇,B:0.05 mol/L 醋酸,梯度:0~15 min, 10%~30%的 A,15~45 min 30%的 A。检测波长,280 nm;流速 1 mL/min;AUFs 0.5。

2 样品测定

2.1 样品制备:栎树枝叶 5 g,分别用 100 mL 80%丙酮、甲醇、水、30%乙醇、50%乙醇、70%乙醇、无水乙醇冷浸数日,过滤,蒸干。加水定容至 100 mL 加乙酸乙酯萃取 3 次(15 mL×3),合并,加水 10 mL 洗一次,加无水硫酸镁干燥,过滤,浓缩至干。此样品甲醇定容 100 mL,过滤后,进行 HPLC 测定。

2.2 线性关系:精密称取没食子酸、没食子酸甲酯、没食子酸乙酯各 5 mg,定容于 10 mL 甲醇中,精密量取该对照品溶液 2 mL,稀释至 10 mL,在高效液相色谱仪上分别进样 5、10、15、20、25 μL 以对照品峰面积与浓度,求回归方程:没食子酸:Y=2368528X-22219,r=0.9986;没食子酸乙酯:Y=2487698X+47565,r=0.9992;没食子酸甲酯:Y=2641551X+45102,r=0.9990。

2.3 含量测定:栎树枝叶经不同溶剂提取

后,提取物乙酸乙酯定容,用 TLC 初步检查后,进行 HPLC 测定,按照标准曲线法,测得没食子酸及甲酯、乙酯的含量,见表 1。

2.4 回收率:精密称取没食子酸乙酯对照品 1.6 mg,分别置于 25 mL 量瓶中,精密称取样品 6.26 mg 分别置于上述量瓶中,定容。分别进样 5 次,测得回收率 97.32%,RSD 为 0.432%。

表 1 栎树枝叶不同溶剂提取物中没食子酸、没食子酸甲酯、没食子酸乙酯含量

	没食子酸 (mg/g)	没食子酸甲酯 (mg/g)	没食子酸乙酯 (mg/g)
80%丙酮	5.12	<2.22	<2.22
甲醇	<2.22	7.92	<2.22
水	<2.22	<2.22	2.4
30%乙醇	<2.22	<2.22	10.7
50%乙醇	<2.22	<2.22	26
70%乙醇	<2.22	<2.22	24.2
无水乙醇	<2.22	<2.22	<2.22

3 结果和讨论

3.1 栎树不同溶剂提取,醇提物中没食子酸乙酯含量较高,但不同浓度醇提取,提取效果不一样(表 1),其中以乙醇浓度 50%时,提取物中乙酯含量最高。

3.2 经 HPLC 检测,水、甲醇及丙酮提取物中均有少量没食子酸乙酯,甲酯亦在甲醇外其它提取物中少量存在,因而推测没食子酸乙酯、甲酯均在植物中以天然物形式存在,但经乙醇或甲醇提取,或许提取过程中经醇解生成较多量没食子酸乙酯或甲酯,即为人工产物。

参考文献

1 中国科学院植物研究所等编. 中国植物志. 47 卷 1 分册. 北京:科学出版社,1985. 54
中国高等植物图鉴. 第二册. 北京:科学出版社, 1987. 723
中国高等植物图鉴. 补编. 第二册. 北京:科学出版社,1987. 289
2 Carlson H J,et al. C A,1952,46:6188c
3 陈国联,等. 陕西中医,1985,6(3):44
4 马广恩,等. 中草药,1998,29(2):84

(1997-04-21 收稿)