

较,测定结果相似,方法简便,重现性好,为杜仲皮质量控制提供了参考。同时,通过对不同生长年限杜仲皮松脂醇二葡萄糖苷量的研究,为杜仲的合理采收提供了科学依据。

致谢:感谢中国药材集团都江堰华泰川芎药业有限责任公司在采集药材方面提供的支持和帮助!

参考文献:

- [1] 张康健. 中国杜仲研究 [M]. 西安: 陕西科技出版社, 1992
- [2] 傅主国. 中国植物红皮书——稀有濒危植物 [M]. 北京: 科学出版社, 1991
- [3] 吴吉龙, 张国清. 杜仲皮的采制与加工 [J]. 安徽林业, 1999, 4: 19
- [4] 中国药典 [S]. 一部. 2005
- [5] 王海燕. 肾脏病学 (V) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1996

HPLC 法测定滨蒿中对羟基苯乙酮

叶 婷¹, 万 丽^{1*}, 周 立², 王 敏¹, 王 凌¹

(1 成都中医药大学, 四川 成都 611137; 2 贵阳市农业局, 贵州 贵阳 550000)

摘要:目的 从滨蒿中分离得到对羟基苯乙酮并建立其定量测定方法。方法 采用硅胶柱色谱和 Sephadex LH-20 从滨蒿的三氯甲烷部位分离得到对羟基苯乙酮; 采用 DiamonsilTM C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 甲醇-2% 醋酸溶液 (30: 70) 为流动相, 检测波长为 275 nm, 对不同产地滨蒿中对羟基苯乙酮的量进行测定。结果 对羟基苯乙酮在 0.098~0.786 μg 线性关系良好, 精密性、稳定性、重现性、加样回收率试验的 RSD 均小于 2%, 平均加样回收率为 99.80%。结论 该方法准确、快速、重现性好, 可用于滨蒿中对羟基苯乙酮量的测定。

关键词: 滨蒿; 对羟基苯乙酮; 定量测定

中图分类号: R282.6

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2009)04-0653-02

滨蒿为《中国药典》2005 年版一部茵陈项下收载品种之一, 为菊科植物滨蒿 *Artemisia scoparia* Waldst. et Kit. 的干燥地上部分, 具有清湿热, 退黄疸的功效^[1], 为利胆退黄的要药^[2], 现代研究表明, 对羟基苯乙酮具有明确的利胆活性^[3], 是滨蒿的有效成分之一, 而茵陈的现行质量标准中没有定量测定项, 相关文献报道^[4~8] 也尚未见关于滨蒿中对羟基苯乙酮定量测定方面的报道。本实验运用硅胶柱色谱从滨蒿的三氯甲烷部位中分离得到对羟基苯乙酮, ¹H-NMR、¹³C-NMR 光谱数据与对羟基苯乙酮文献值一致^[9]。采用 HPLC 法测定了 10 个产地滨蒿中对羟基苯乙酮, 为滨蒿的质量控制以及茵陈药材质量标准的建立奠定基础。

1 仪器与试剂

Varian ProStar 210 高效液相色谱仪 (Varian Model 325 检测器): 美国瓦里安公司; BP211D (万分之一、十万分之一) 型电子天平: 德国 Sartorius 公司; 对羟基苯乙酮对照品: 自制, 质量分数大于 98%; 滨蒿药材购自四川、山西、辽宁、广西、陕西、河南、安徽、新疆, 经成都中医药大学严铸云教授鉴定为滨蒿 *A. scoparia* Waldst. et Kit. 的干燥地上部

分; 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: DiamonsilTM C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 以甲醇-2% 醋酸溶液 (30: 70) 为流动相; 体积流量为 1 mL/min; 检测波长为 275 nm; 柱温: 30 ℃。理论塔板数按对羟基苯乙酮峰计算应不低于 3 000。色谱图见图 1。

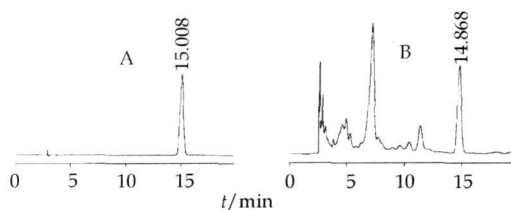


图 1 对羟基苯乙酮对照品(A)和样品(B)的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatogram of *p*-hydroxyacetophenone reference substance (A) and sample (B)

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取对羟基苯乙酮对照品适量, 加甲醇制成含 0.1 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取滨蒿药材约 2 g, 精密称定, 加入甲醇 30 mL, 回流提取 2 次, 每次 1 h, 滤

* 收稿日期: 2008-07-18

作者简介: 叶 婷 (1984—), 女, 南宁市人, 在读硕士研究生, 研究方向为中药药效物质基础与质量标准的研究。

Tel: (028) 61801628 E-mail: yep_130@163.com

* 通讯作者 万 丽

过,每次精密量取续滤液 15 mL,合并续滤液,低温蒸干,残渣加甲醇水浴加热使溶解,转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.4 线性关系的考察:分别精密吸取对羟基苯乙酮对照品溶液 1、2、4、6、8 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,取上述对照品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,记录色谱图。以对羟基苯乙酮的量为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $A=6\times 10^7 M+340\ 141$ ($r=0.999\ 3$),结果表明,在 0.098~0.786 μ g 有良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取对羟基苯乙酮对照品溶液 10 μ L,连续进样 6 次,测定,结果表明 6 次测定的 RSD 为 1.66%。

2.6 稳定性试验:取同一供试品溶液,分别于 0、2、6、12、24 h 进样 10 μ L,依法测定峰面积。结果表明,样品中对羟基苯乙酮 RSD 为 0.71%,供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.7 重现性试验:取同一批滨蒿药材 6 份,每份约 2 g,精密称定,按供试品溶液制备方法制备,依法测定,计算样品中对羟基苯乙酮的量,结果表明 RSD 为 1.66%。

2.8 加样回收试验:取已测定的滨蒿药材约 1 g,精密称定,分别加入 80%、100%、120% 的对羟基苯乙酮对照品,按供试品溶液的制备方法制备,依法测定,计算回收率。结果,对羟基苯乙酮的平均回收率为 99.80%,RSD 为 1.32% ($n=9$)。

2.9 样品的测定:取各产地滨蒿药材,按供试品制备方法制备,依法测定对羟基苯乙酮质量分数。结果见表 1。

3 讨论

对羟基苯乙酮是滨蒿利胆的药效物质基础之

表 1 不同产地滨蒿中对羟基苯乙酮的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of *p*-hydroxyacetophenone in *A. scoparia* from different habitats ($n=3$)

药材来源	对羟基苯乙酮/%	药材来源	对羟基苯乙酮/%
四川	0.033	新疆	0.021
广西	0.022	辽宁	0.032
陕西	0.036	贵州	0.020
河南	0.016	云南	0.025
安徽	0.028	山东	0.027

一,易溶于甲醇、乙醚、丙酮等溶剂,在制备供试品溶液时分别对不同的提取溶剂(甲醇、乙醇)、提取方法(超声、回流)、提取时间(1、1.5、2 h)以及提取次数(1、2、3 次)进行了考察,最后确定甲醇回流 2 次,每次 1 h 提取最为完全。

对甲醇-水、甲醇-磷酸、甲醇-醋酸不同流动相系统进行了比较,结果发现用甲醇-2% 醋酸溶液(30:70)为流动相时,对羟基苯乙酮的保留时间、峰型以及分离效果较好,可用于滨蒿中对羟基苯乙酮的定量测定。

参考文献:

[1] 中国药典[S].一部.2005
[2] 张廷模.中药学[M].北京:高等教育出版社,2002
[3] 湖南医药工业研究所.茵陈蒿(滨蒿)利胆有效成分对羟基苯乙酮的初步药理实验[J].中华医学杂志,1974(2):104-103
[4] 楼之岑,秦波.常用中药材品种整理和质量研究(北方编)[M].第1册.北京:北京大学医学出版社,1995
[5] 曾美怡,张启伟,姚三桃,等.茵陈的化学成分和质量评价研究[J].国外医学:中医中药分册,1987,9(6):1-4
[6] 中国医学科学院药用植物资源开发研究所.中药志(五)[M].北京:人民卫生出版社,1998
[7] 刘影,于治国,袁璐,等.茵陈药材中绿原酸的含量测定[J].西北药学杂志,2006,21(5):207-209
[8] 孙秀燕,邢山岗,李明慧,等.用液相色谱-质谱联用法测定滨蒿中的茵陈色原酮[J].沈阳药科大学学报,2003,17(2):110-113
[9] 江纪武.植物药有效成分手册[M].北京:人民卫生出版社,1986

(上接第 620 页)

the synthesis of Guanosine cyclic monophosphate and Glialfibrillary acidic protein in hippocampus after cerebral ischemia reperfusion [J]. *Chin J Pathophysiol*, 2001, 17(9): 861-862

[5] 汪长华,张友云,董传仁,等.大豆磷脂脂质体对培养心肌细胞缺氧缺血性损伤的影响[J].中国循环杂志,1995,10(5):293-295
[6] Smith EF, Lefer AM, Aharow D, et al. Carbocyclic thromboxane A₂: aggravation of myocardial ischemia by a new synthetic thromboxane A₂ analog [J]. *Prostaglandins*, 1981, 21(3): 443-456
[7] Marichan P, George KWY, Gary SEI. Blockade of N-

methy+D-aspartate receptors cyanide-induced neuronal injury in primary hippocampal cultures [J]. *Toxicol Appl Pharmacol*, 1992, 115(1): 124-129

[8] 陈时宏.黄酮类化合物的抗氧化作用及其构效关系[J].海峡药学,1998,10(4):4-6
[9] Husain SR. Hydroxyl radical scavenging activity of flavonoids [J]. *Phytochemistry*, 1987, 26: 2489-2491
[10] Younes M, Siegers CP. Inhibitory action of some flavonoids on enhanced spontaneous lipid peroxidation following glutathione depletion [J]. *Planta Med*, 1981, 43: 240-244
[11] Cholbi MR, Paya M, Alcaraz J. Inhibitory effect of phenolic compounds on CCl₄-induced microsomal lipid peroxidation [J]. *Experientia*, 1991, 47: 195-199