

浓度进行线性回归得回归方程: $A = 349800C - 232734$, $r = 0.9993$, 槲皮素在 $10 \mu\text{g/mL} \sim 50 \mu\text{g/mL}$ 范围内具有良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 取同一浓度对照品溶液, 在上述色谱条件下测定, 求出槲皮素峰面积, $RSD = 1.22\%$ 。

2.5 样品测定: 取杜仲叶粉约 2 g, 精密称定, 按样品供试液的制备方法进行提取, 水解, 照上述色谱条件, 每次准确吸取供试品液 $20 \mu\text{L}$ 注入液相色谱仪, 平行测定 3 次, 得槲皮素的峰面积, 由回归方程计算, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果

样品来源	批号	杜仲叶粉中槲皮素含量 ($\mu\text{g/g}$, $n=3$)
陕西略阳	960914	150
陕西略阳	960807	157
陕西略阳	960109	176
贵州遵义	960811	269

2.6 加样回收实验: 按样品测定方法进行测定, 计

算加样回收率, 结果回收率为 97.43% , $RSD = 1.36\%$ ($n=6$)。

3 讨论

3.1 槲皮素在杜仲叶中以槲皮素苷的形式存在, 所以样品须酸水解处理方能测定, 水解是否完全可用薄层色谱鉴别得知。

3.2 从样品测定结果看, 由于两个厂家生产杜仲叶粉的工艺条件不一致, 测定结果槲皮素含量相差较大, 但同一厂家陕西生产的杜仲叶粉, 槲皮素含量较均匀, 且槲皮素在杜仲叶粉中不受存放时间与贮存条件的影响, 比较稳定。

致谢: 中国杜仲综合开发协会对工作的支持。

参考文献

- 1 周荣汉主编. 中药资源学. 北京: 中国医药科技出版社, 1993: 248
- 2 刘诗平, 等. 中草药, 1991; 22(4): 182
- 3 夏运岳, 等. 中草药, 1997; 28(4): 207

(1998-1-30 收稿)

薄层扫描法测定化痰降脂茶主要有效成分的含量

天津中医学院(300193) 林翠英 张春喜 吴泽莲

临床实践证明化痰降脂茶对血液有降脂、降粘作用, 可预防心脑血管疾病。郁金、丹参是其中的主要组分, 姜黄素、原儿茶醛分别是二者的主要有效成分。为保证该茶的有效性, 以此二成分为指标, 制定了定性检识郁金、丹参的薄层层析法。在此基础上, 又经实验研究建立了用薄层扫描仪对原儿茶醛测定含量的方法。

1 仪器与试剂

CS-930 薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管(Drummond 美国); 硅胶 GF₂₅₄ 板; 原儿茶醛(市售) 试剂经重结晶精制(三种展开剂的薄层色谱均为一个斑点); 其它试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 薄层分离条件: 为适应定量分析, 改善原儿茶醛与其它斑点的分离度及简化定位方法, 将原定性分析的条件改为用硅胶 GF₂₅₄ 板, 展开剂为苯-乙酸乙酯-甲酸(4.5: 9.5: 1), 饱和 20 min, 展开距离 12 cm, 在紫外分析仪(254 nm)下定位。

2.2 薄层扫描条件: 单波长荧光锯齿扫描, $\lambda = 280$

nm, $S_x = 3$, 狭缝 $1.25 \text{ mm} \times 1.25 \text{ mm}$, 扫描速度 20 mm/min , 灵敏度 $\times 1$ 。

3 供试液制备

3.1 样品液制备与定性分析相同。

3.2 对照品溶液制备: 精密称取原儿茶醛对照品 4.88 mg , 置 10 mL 容量瓶中, 用乙醇溶解定容, 摇匀备用。浓度为 0.488 mg/mL 。

4 稳定性考察

取原儿茶醛对照品液一定量点样, 展开定位后, 立即测定并于室温下每隔 20 min 扫描一次, 12 h 内吸收峰面积积分值基本不变。

5 实验方法可行性考察

5.1 线性关系考察: 精密吸取对照品溶液 0.5、1、1.5、2、2.5、3 μL 点在同一块硅胶 GF₂₅₄ 板上, 展开、定位、扫描, 将点样量与峰面积值经线性回归处理, 得回归方程 $Y = -18947 + 15115X$, $r = 0.9982$ ($n = 6$)。说明在 $0.24 \mu\text{g} \sim 1.5 \mu\text{g}$ 范围内线性关系良好。

5.2 回收率试验: 同法制备 8 份样品供试液, 于同一薄层板上各点 $1 \mu\text{L}$, 其中 4 个斑点分别加点对照

品溶液 1 μL ,再另点 1 个对照品液 1 μL 斑点,依法展开,定位,扫描测定,计算回收率为 98.75%, $RSD=2.78\%$,说明本法准确度较高。

5.3 重现性考察:同一批样品连续测定 5 次,变异系数 $RSD=2.78\%$,说明样品处理及测定方法重现性好。

6 样品分析结果

对 3 批丹参原料药材制备的化癥降脂茶供试液,以外标两点法扫描定量分析各 3 次,取平均值,结果见表 1。

7 讨论

7.1 定量分析样品处理与定性时的差别有二,一是用水煮沸 3 次,二是浓缩液酸化后加入适量 NaCl 再

用乙醚萃取 4 次,以保证样品中原儿茶醛提取完全。

表 1 样品分析结果

批 号	1	2	3
平均含量(%)	0.43	0.64	0.12

7.2 从样品分析结果可见,不同批次原料对有效成分含量影响较大,应首先对原料药材进行含量测定,对有效成分含量不同的原料药材适当调配混合后投料,以保产品质量相对稳定。

参考文献

1 林翠英,等. 中草药,1995;26(12):656
2 杨树德,等. 药学报,1981;16(7):530
3 竺叶青,等. 中成药研究,1984;(12):11
(1998-01-12 收稿)

杜仲叶中黄酮类化合物的研究

华中农业大学食品科技系(武汉 430070) 叶 力 谢笔钧 胡慰望

杜仲是我国特产。近年来,杜仲树已广泛栽培。为了开发利用杜仲叶,对其有效成分进行分析是很必要的。目前各国科学工作者的研究着重于木脂素类、环烯醚萜类、苯丙素类、萜类、多糖以及杜仲胶等有机化合物,杜仲叶中黄酮类化合物的研究尚未见报道。我们通过 RP-HPLC 法对杜仲叶中黄酮类化合物的含量及苷元的种类进行了研究。

1 仪器、试剂和材料

杜仲叶采自华中农业大学校园,干燥备用,岛津 SLC-6A HPLC 仪,X-型树脂,芦丁标准品购自中国药品生物制品检定所;其它均为 AR 级试剂。

2 实验方法与结果

2.1 杜仲叶中黄酮苷元的 HPLC 分析法:取适量杜仲叶加适量水浸提数次,过滤,合并滤液,上 X-型树脂柱,洗脱,浓缩,冷冻干燥得杜仲叶提取物。取适量杜仲叶提取物,用 35 mL 甲醇溶解,加 5 mL 25% 盐酸于 90℃ 水浴水解 80 min,冷却,然后用甲醇定容至 50 mL,取 10 μL 进样。

色谱条件:CLC-ODS 色谱柱(150 mm $\times$ 6.0 mm, C_{18}),流动相:甲醇-0.4%磷酸水=58:42,流速:1.0 mL/min,检测波长:360 nm,0.04AUFS。

结果如图 1。根据保留时间定性,在杜仲叶提取物水解液中检测出槲皮素(1 号峰)和荜菲醇(2 号峰)两种苷元。

2.2 杜仲叶中黄酮苷的 HPLC 分析:取适量上述制备的提取物,溶解进样。

色谱条件:YWG- C_{18} 色谱柱(10 μm),250 mm $\times$ 4.6 mm,流动相:甲醇-乙腈-水(30:10:60),流速:1.0 mL/min,检测波长 330 nm,灵敏度 0.08 μV 。

2.3 总黄酮含量的测定:如图 1,根据峰面积以芦丁标样为基准计算出杜仲叶中总黄酮含量为 0.7%,杜仲叶提取物中总黄酮总量为 6.64%。

2.4 杜仲叶黄酮糖苷的分析:如图 1 中 3 号峰为

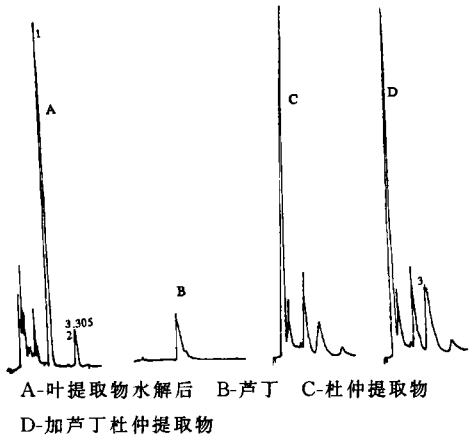


图 1 杜仲样品 HPLC 图

芦丁标准峰,根据 HPLC 内标法确证杜仲叶提取物中未知的槲皮素糖苷不是芦丁。

3 讨论