

品溶液 1  $\mu\text{L}$ ,再另点 1 个对照品液 1  $\mu\text{L}$  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痰降脂茶供试液,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提 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,以保证产品质量相对稳定。

## 参考文献

- 林翠英,等. 中草药,1995;26(12):656
- 杨树德,等. 药学报,1981;16(7):530
- 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 胡魁望

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 $^{\circ}\text{C}$  水浴水解 80 min,冷却,然后用甲醇定容至 50 mL,取 10  $\mu\text{L}$  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 杜仲叶中黄酮苷元的 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  $\mu\text{m}$ ),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  $\mu\text{V}$ 。

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

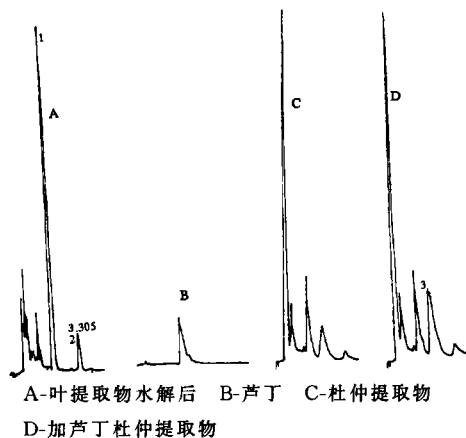


图 1 杜仲样品 HPLC 图

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

对杜仲叶中黄酮类化合物进行了研究得到以下结果:①杜仲叶中黄酮类化合物的含量为干叶重的0.7%,占杜仲叶提取物的6.64%;②检测出槲皮素

和茨菲醇两种黄酮苷元;③杜仲叶中未知的槲皮素糖苷不是芦丁,其化学结构有待进一步研究。

(1997-09-01 收稿)

## GC 法测定乳宁霜中丁香酚的含量

山东省中医药研究所(济南 250014)

郭长强\*

山东中医药大学附属医院

宋爱莉 刘和善 孔祥山 杨毅

乳宁霜系由丁香挥发油、冰片、红花等药物组成。其功能为活血散结,消肿止痛。丁香酚为该处方中的主要组成成分。笔者以 GC 法测定其中的丁香酚含量,为保证该制剂的质量提供了方法和依据。

### 1 仪器与药品

PHILIPS PU 4400 气相色谱仪及其配套数据处理系统。丁香酚对照品,由中国药品生物制品检定所提供。乳宁霜由山东省中医药大学附属医院提供。

### 2 色谱条件

3 mm×2.1 m 玻璃柱,以甲基硅橡胶(SE-30)为固定液,涂布浓度为10%,柱温为145℃,气化室温度为200℃,检测器TID,氮气流速为60 mL/min,氢气45 mL/min,空气450 mL/min。

### 3 方法与结果

3.1 内标溶液配制:称取麝香草酚50 mg,置100 mL 量瓶中,加石油醚溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

3.2 供试品溶液的制备:精密称定乳宁霜0.5 g,加入含内标物的石油醚(60℃~90℃)溶液15 mL,于具塞三角瓶中充分振摇2 min,弃去初滤液,中途取1 mL 滤液作为供试品溶液,备用。

3.3 对照品溶液的制备:精密称取丁香酚对照品103 mg,置100 mL 容量瓶中,加石油醚(60℃~90℃)稀释至刻度摇匀即得。

3.4 标准曲线绘制:精密量取对照品溶液1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 分别置10 mL 容量瓶中,各精密加浓度为0.5 mg/mL 的麝香草酚、内标溶液2 mL,用石油醚稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取1 μL,注入气相色谱仪,以上述色谱条件测定,测得丁

香酚与内标物峰面积比值分别为0.1399、0.2861、0.6126、0.9438、1.2611,丁香酚浓度与比值进行回归分析,得回归方程为 $Y=1.566X-0.0289$ , $r=0.9998$ 。线性结果表明丁香酚浓度在0.103 μg~0.824 μg 范围内呈现良好的线性关系。

### 4 样品测定

精密吸取供试品溶液1 μL,注入气相色谱仪,按上述条件测定,以内标法计算含量,结果见表1。

表1 乳宁霜丁香酚含测结果(n=4)

批号	丁香酚含量(%)	RSD(%)
960708	1.58	1.30
960715	1.26	1.45
960720	1.71	1.07

### 5 回收率实验

精密称取已知含量的乳宁霜供试品0.5 g,共5份,置具塞三角瓶中,各精密加入用内标溶液配制的已知丁香酚浓度(0.205 mg/mL)的标准溶液15 mL,按上述测定方法,测定回收率,结果平均回收率为99.73%, $RSD=1.09\%$ (n=5)。

### 6 精密度实验

取同一供试品溶液,按上述测定方法连续进样5次,测定结果, $RSD=1.42\%$ (n=5)。

### 7 小结

乳宁霜为外用治疗乳腺增生病的有效制剂,以上述方法进行质量控制,快速、灵敏、可靠,能有效地保证该制剂的质量。

致谢:山东省药检所徐本明副研究员协助资料分析。

(1998-02-16 收稿)

\* 郭长强 助理研究员。自1975年起从事中药、中药化学、炮制化学、制剂、质量标准等方面研究。承担、参与国家“七·五”、省“八·五”中医药科技攻关等项研究课题。已获部、省、厅级科技进步奖5项。在省级以上专业杂志发表论文31篇,省科协及学会获奖论文12篇。1995年获首届山东省优秀青年中医(药)荣誉。