

紫苏子质量标准规范化的研究[△]

II. α -亚麻酸乙酯的制备与鉴定

吉林省中医中药研究院(长春 130021) 王 威* 李曼杰 刘继华 闫喜英 王永奇

摘 要 采用尿素包合与硝酸银-硅胶柱层析结合法,从紫苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt. 的干燥成熟果实中分离、衍生化得到 α -亚麻酸乙酯(all cis-9,12,15-octadecatrienoic acid ethyl ester)。

关键词 紫苏子 α -亚麻酸乙酯 尿素包合 硝酸银-硅胶柱层析

紫苏子为唇形科植物紫苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt. 的干燥成熟果实,其脂肪油中 α -亚麻酸(all cis-9,12,15-octadecatrienoic acid)含量达 69.77%^[1,2]。 α -亚麻酸具有降血脂、降血压、抗血栓、抗过敏、抗癌等作用^[3~7]。为建立紫苏子规范化的质量标准,我们进行了其含量测定用对照品 α -亚麻酸乙酯的制备和鉴定。

1 仪器和试剂

PE-9000 型气相色谱仪;Varian Unity-400 型核磁共振仪。原料药材紫苏子采自吉林省延吉市市郊,经本院生药研究室严仲铠研究员鉴定为唇形科紫苏属植物紫苏 *Perilla frutescens* (L.) Britt. 的干燥成熟果实。柱层析硅胶和薄层层析硅胶 G 为青岛海洋化工厂产品;硝酸银为吉林市龙潭试剂厂产品;展开剂:石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯-甲醇(68:4:1);显色剂:10%磷钼酸乙醇溶液;所用试剂均为分析纯。

2 气相色谱条件

检测器为氢火焰离子化检测器。柱长 2 m,内径 3.2 mm,以丁二酸二乙二醇聚酯(DEGS)为固定相涂布于 Chromosorb W(80~100 目)上,浓度 15%。载气:氮气,流速 40 mL/min,柱温 190℃,进样口温度 240℃,检测器温度 240℃,H₂:0.4 kPa,Air:0.5 kPa。

含量测定采用峰面积归一化法。

3 提取和分离

3.1 总脂肪油的提取:取紫苏子 200 g,石油醚(60℃~90℃)室温提取 3 次,每次 24 h,合并提取液,减压回收石油醚至尽,得黄色透明油状液体 88.48 g(收率 44.24%)。相对体积质量 0.930,n_D²⁰1.4880,气相色谱法测定 α -亚麻酸含量为 62.17%。

3.2 尿素包合法分离:取黄色透明油状液体 50 g,加入 5 倍量 1 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液,回流 2 h,减压回收乙醇至无醇味。缓慢加入稀盐酸并不断搅拌,调至 pH=1,分液弃去酸水液。加入 6 倍量乙醇,分 3 次加入 2 倍量尿素包合,减压回收乙醇至无醇味。加入 3 倍量 2%硫酸乙醇溶液,70℃水浴回流 4 h,减压回收乙醇至无醇味。加入等体积石油醚(60℃~90℃)萃取,分取石油醚层,水洗至中性,无水硫酸钠干燥,减压回收石油醚至尽,得红棕色油状液体 16.67 g(收率 33.35%),气相色谱法测定 α -亚麻酸乙酯含量为 87.95%。

3.3 柱层析分离:在避光条件下,取红棕色油状液体 3.3 g 上制备好的 20%硝酸银-硅胶柱,以石油醚(60℃~90℃)-醋酸乙酯-甲醇(34:2:1)洗脱,TLC 检视流份 55~91 为单一斑点,合并,减压充氮回收溶剂,低温

* Address: Wang Wei, Jilin Academy of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Changchun

[△] 国家“九·五”中医药科技攻关项目

真空干燥得无色油状液体 1.8 g, 气相色谱法测定纯度为 99.89%。

4 鉴定

α -亚麻酸乙酯经 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 测定数据与标准图谱对照基本一致。

致谢: 中国科学院长春应用化学研究所代测核磁共振谱。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典(1995年版一部). 广州: 广东科技出版社, 北京: 化学工业出版社, 1995: 301
- 2 王永奇, 等. 中草药, 1995, 26(5): 236
- 3 郭英, 等. 营养学报, 1996, 18(3): 268
- 4 Shimokawa, T. *et al.* Life Sciences, 1988, 43(25): 2067
- 5 Hirano J, *et al.* Yukagaku, 1991, 40(10): 942
- 6 Hashimoto A, *et al.* Prostaglandins, 1988, 36(1): 3
- 7 Hirose M, *et al.* Carcinogenesis, 1990, 11(5): 731

(1998-10-25 收稿)

HPLC 法测定感冒退热颗粒(冲剂)中 连翘酯苷 A 的含量

第二军医大学药学院(上海 200433)
上海市中药三厂

张 炜* 张汉明 郭美丽
杨继斌 朱美玲

摘 要 以 RP-HPLC 测定了感冒退热冲剂中连翘酯苷 A 的含量; 连翘酯苷 A 以冷浸超声法直接用甲醇提取; 色谱条件为: ODS 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 甲醇(含 1% 的四氢呋喃)-水(含 0.01 mol/L 磷酸二氢钾, pH 3.2)为流动相进行梯度洗脱; 柱温室温; 检测波长 332 nm; 实验表明本法简便、特异、准确, 可用于本制剂的质量控制。

关键词 感冒退热冲剂 连翘酯苷 A HPLC

感冒退热冲剂为 1997~1995 版药典收载的中药成方制剂, 具有清热、解毒等功效, 临床用量很大。其组方为大青叶、板蓝根、连翘、拳参; 药典除规定用薄层层析法定性鉴别板蓝根中的靛玉红成分外, 尚未有合适的定量指标。由于靛玉红的极性较小, 从感冒退热颗粒的生产工艺看, 它已大部分被除去, 不宜作为定量指标。考虑到连翘酯苷 A 为连翘的特征成分, 且具有很强的抗菌^[1]和抗病毒^[2]活性, 为此我们用 RP-HPLC 测定了感冒退热冲剂中连翘酯苷 A 的含量, 获得了满意的分析结果, 可为其质量控制提供参考。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Waters 公司 M510 和 M590 泵, 490 型 UV/Vis 检测器, 740 型色谱数据站, U6K 进样阀, 超声振荡器, pH 计。

1.2 试剂与试药: 甲醇、磷酸二氢钾、磷酸及

四氢呋喃等均为分析纯, 水为重蒸水。连翘酯苷 A 对照品由中国医学科学院提供, 经光谱和 HPLC 法检测, 纯度在 95% 以上。感冒退热冲剂由上海市中药三厂提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 ODS 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇(含 1% 四氢呋喃)-水(含 0.01 mol/L 磷酸二氢钾, 用磷酸调 pH 至 3.2)^[3]; 流速 1 mL/min; 检测波长 332 nm; 灵敏度 0.1 AUFS; 衰减 32; 进样量 10 μL , 柱温室温, 梯度洗脱条件见表 1。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取连翘酯苷 A 标准品 5.0 mg, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 配成浓度为 0.5 mg/mL 的储备液, 置冰箱保存。

取连翘酯苷 A 储备液适量, 用甲醇稀释成 50、100、150、200、250、300、350、400 $\mu\text{g/L}$

* Address: Zhang Wei, College of Pharmacy, The Second Military University, Shanghai