

量,所以对丹参培养物应及时测定。

表 2 长期放置对丹参细胞物中迷迭香
酸和紫草酸 B 含量的影响 (n=3)

放置时间 (月)	迷迭香酸 (%干重)	紫草酸 B (%干重)	迷迭香酸 损失率(%)	紫草酸 B 损失率(%)
0	5.8536±0.7216	6.5449±0.1412		
5	3.1474±0.4530	5.2153±0.7460	46.23	20.31

参 考 文 献

1 张白嘉,等. 中草药,1996,27(10):634
2 刘 平,等. 中国医药学报,1993,8(增):55
3 胡之璧,等. 上海中医药大学上海中医药研究院学报,
1997,10(2)~11(1):94
4 李 静,等. 药学报,1993,28(7):543

(1999-04-06 收稿)

毛白杨叶中酚苷类成分含量测定方法的研究

中国医学科学院
药物研究所(北京 100050) 丁永胜* 何丽一
中国协和医科大学

摘 要 采用高效薄层预制板,用二次展开的方法分离测定了毛白杨叶中的特里杨苷等三种酚苷类化合物。以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(2:1.5:0.5:0.05)为展开剂,α萘酚-硫酸试液为显色剂,用 CS-930 薄层扫描仪,λ=520 nm 波长处线性扫描。方法简便、快速、准确。

关键词 HPTLC 毛白杨 酚苷类 含量测定

Separation and Determination of Phenolic Glycosides in Chinese White Poplar Leaves
(*Populus tomentosa*) by HPTLC

Ding Yongsheng and He Liyi (Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Sciences and Peking Union Medical College, Beijing 100050)

Abstract A double development thin layer chromatographic method was established to separate and determine the amount of tremulacin, treulodin and salicin in the leaves of *Populus tomentosa* Carr. by HPTLC plate. The plates were developed twice in a solvent system of dichloromethane-ethyl acetate-methanol-water (2:1.5:0.5:0.05) and color development with α-naphthol-sulfonic acid-ethanol solution. The detection wavelength was 520 nm. The results showed that this method was simple, rapid and accurate.

Key words *Populus tomentosa* phenolic glycoside HPTLC

毛白杨 *Populus tomentosa* Carr., 又称杨栒花,系杨柳科杨属植物,在我国主要分布于华北等地区。《本草纲目》中记载:毛白杨苦寒无毒,主治扑损瘀血,有续筋骨,止痛止痢等作用。民间用其叶煮水洗、敷,控制陈旧性软组织感染及化脓性骨髓炎疗效较好。毛白杨叶中主要含有酚苷类化学成分^[1~3]。为了充分利用这一丰富的自然资源,我们对植物

中的有效成分进行了含量测定方法的研究。

1 仪器与试剂

薄层扫描仪岛津 CS-930,定量毛细管 (Drummond Sci. Co. USA), 高效硅胶薄层预制板(烟台化工研究所),双槽薄层展开槽 (CAMAG 12 cm×5 cm×12 cm),浸板槽 (自制 11 cm×1 cm×11 cm),超声波清洗器 (无锡超声电子设备厂),离心机 80-1 型(上

* Address: Ding Yongsheng, Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Sciences and Peking Union Medical College, Beijing

丁永胜 男,29岁,1991年毕业于内蒙古医学院药学系,获学士学位;1999年毕业于中国医学科学院中国协和医科大学药物研究所,获硕士学位;1991~1996年在内蒙古医药总公司乌海分公司从事药品质量检验及管理工作,现为主管药师,具有执业药师资格证书;现主要从事中草药中有效成分分析和药品的质量控制与检验工作。

海手术器械厂),所用试剂均为分析纯。3种对照品水杨苷(salicin,M-1),2'-苯甲酰水杨苷(treuloidin,M-4),特里杨苷(tremulacin,M-5),由中国医学科学院药物研究所林茂研究员提供,植物样品自采。

2 实验样品的制备

2.1 供试品溶液:取毛白杨的干叶粉末(40目筛)约100 mg,精密称定,置10 mL具塞试管中,精密加入80%甲醇水溶液2 mL,超声提取30 min,离心5 min,上清液作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液:取3种酚苷的对照品,加甲醇溶解,制成1 mg/mL的溶液,作为对照品溶液。

3 实验条件

3.1 薄层分离条件:固定相为高效硅胶薄层预制板10 cm×10 cm,以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(2:1.5:0.5:0.05)为展开剂,进行二次展开,每次展开前需饱和30 min,展开、取出、吹干,浸入α萘酚-硫酸试液(15%α萘酚乙醇溶液21 mL、浓硫酸13 mL、乙醇81 mL与水8 mL相混合)^[6],立即取出,用滤纸吸去过量的试液,置100℃烘约3~5 min至呈桃红色斑点,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶带密封固定。结果见图1。

3.2 扫描条件:单波长反射法线性扫描,光源:钨灯,λs=520 nm,Sx=3。

4 方法考察

4.1 稳定性实验:精密吸取对照品溶液点样于薄层板上,依法展开,显色,每隔一定时间扫描一次。结果表明,显色后4 h内峰面积值基本不变,M-1,M-4,M-5的RSD分别为0.96%,1.16%和1.23%。

4.2 精密度实验:取同一份样品溶液,在同一块薄层板

上,点同样量的斑点7个,依法操作进行扫描测定,3种被测物质M-1,M-4,M-5的RSD分别为1.42%,3.32%和2.75%。

4.3 线性关系:精密吸取对照品溶液1,2,3,4,5 μL,点于同一块薄层板上,依法操作,测定峰面积值。以点样量为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,结果:

M-1 $Y=1410.7+3668.4X$
 $r=0.9919(0.400\sim4.000\ \mu\text{g})$
M-4 $Y=618.9+1567.6X$
 $r=0.9966(0.673\sim6.735\ \mu\text{g})$
M-5 $Y=484.3+1093.5X$
 $r=0.9972(0.715\sim7.150\ \mu\text{g})$

4.4 回收率实验:精密称取样品粉末(过40目筛)100 mg 4份,其中3份加入定量的对照品溶液,按供试品溶液制备项下操作,依法展开、显色、测定,用随行外标法计算,结果回收率如下:

M-1 98.66%,RSD=1.40%
M-4 98.11%,RSD=3.23%
M-5 98.30%,RSD=2.57%

5 样品测定

精密称取不同生长时期的样品粉末各100 mg,依法测定,结果见表1。

结果表明,毛白杨中主要有效成分特里杨苷在植物中的含量比较高,并且在11月时,含量达到最高,这时采收,正值落叶,可以不损害植物的生长。

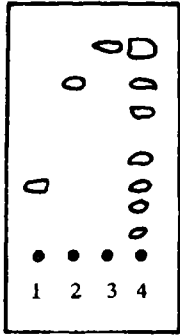
6 结果与讨论

6.1 本文建立了毛白杨叶中有效成分的含量测定方法,方法简便、快速、准确。

6.2 酚苷类均具有紫外吸收,但M-4、M-5的最大吸收为240 nm,而M-1则在278 nm处具有最大吸收,给测定带来麻烦;但显色后三者均在520 nm处有最大吸收,且其灵敏度与紫外测定基本一致,故选用显色后进行可见光测定。

6.3 精密度的测定以样品溶液的测定结果较为可靠。

6.4 展开后的薄层板采用浸板显色的方式,可以得到显色均匀的效果。加盖玻璃板可以使得斑点稳定时间更长。



1-M-1; 2-M-4; 3-M-5; 4-样品溶液

图1 毛白杨样品的薄层色谱图

表 1 样品含量测定结果(%) (n=3)

成分	采收期(月)						
	5	6	7	8	9	10	11
M-1	0.1052	0.1309	0.4016	0.2999	0.4516	0.5156	0.6008
M-4	—	0.0287	0.3589	0.2057	0.2649	0.3974	0.4796
M-5	0.3779	1.170	2.645	2.272	2.694	2.576	3.394

6.5 展开剂中的水分对分离具有关键的作用,不加水时斑点严重拖尾,影响分离,但水量过大则展开剂变混浊。

致谢:本所植化室林茂研究员提供对照品,表示感谢。

参考文献

1 马天波,等. 中草药,1987,18(3):105

- 2 林 茂,等. 药学报,1993,28(6):437
3 中国医学科学院药物研究所编著. 中草药现代研究. 第三卷. 北京:北京医科大学中国协和医科大学联合出版社,1997:222
4 Cheng G F, *et al.* Phytomedicine,1994,1:209
5 杨东旭,等. 药学报,1995,30(2):254
6 周同惠,等编著. 纸色谱和薄层色谱. 北京:科学出版社,1989:296

(1998-12-14 收稿)

HPLC 法测定冬虫夏草中腺苷含量

福建省药品检验所(福州 350001) 吴春敏* 叶榕平**

摘 要 采用甲醇为溶剂,提取冬虫夏草及其虫体、子座中的核苷类成分,用 HPLC 法测定腺苷的含量;色谱条件以 μ Bondapak C₁₈(4.6 mm×250 mm,10 μ m)为色谱柱,0.01 mol/L 磷酸二氢钠-磷酸氢二钠缓冲液(pH6.5)-甲醇(85:15)为流动相,检测波长 UV260 nm; $r=0.9999$,线性范围 0.2~1 μ g,回收率 104.5%。

关键词 HPLC 冬虫夏草 腺苷

Determination of Adenosine in Dongchongxiachao (*Cordyceps sinensis*) by HPLC

Wu Chunmin and Ye Rongping (Fujian Institute of Drug Control, Fuzhou 350001)

Abstract A method has been developed for the determination of adenosine in *Cordyceps sinensis* (Berk.) Sacc. by HPLC. Nucleosides in both worm body and stroma were extracted with MeOH. A μ Bondapak C₁₈ column was used, with phosphate buffer (0.01 mol/L of a mixture of NaH₂PO₄ and Na₂HPO₄ of pH 6.5)-MeOH (85:15) as the mobile phase, and detected at a wavelength of 260 nm. The linear range was 0.2~1.0 μ g, $r=0.9999$. The average recovery was 104.5%.

Key words *Cordyceps sinensis* adenosine

冬虫夏草 *Cordyceps sinensis* (Berk.) Sacc. 是我国传统名贵中药材之一。近年来,人们对人工发酵虫草菌粉提出了质量评测方法^[1~3],而针对天然虫草的质量评价方法却显得相对匮乏。为了有效地控制天然虫草的

质量,我们拟定以其有效成分之一的核苷类化合物腺苷(adenosine)为检测指标^[1,4],采用 HPLC 法对西藏和青海虫草进行定量分析,为冬虫夏草的质量评定提供了一种快捷、有效的检测方法。

* Address: Wu Chunmin, Fujian Institute of Drug Control, Fuzhou

** 为福建中医学院 93 级实习生