

意。提取时间以 4~5 h 为宜(见表 2)。样品于 2℃~4℃ 储存,36 h 内腺苷含量稳定。

3.2 流动相中磷酸盐缓冲液与甲醇配比为 90:10 时,标准品各峰分离良好,但腺苷保留

时间偏长。最终选定二者配比为 85:15,虽然尿嘧啶与尿苷无法分离,但均可作为杂质并入杂质峰中,样品中腺苷仍可与杂质峰完全分离,保留时间较为适宜,有利于快速分析。

表 2 西藏虫草提取时间比较

提取时间(h)	1	2	3	4	5	6	7
腺苷含量(mg/g)	0.201	0.233	0.379	0.390	0.391	0.378	0.360

3.3 试验中,我们分别测定了冬虫夏草 2 个主产省区的 4 个样品中腺苷的含量。结果表明,青海 3 个产地的虫草中腺苷含量基本相同,但较西藏虫草明显偏低。比较两省区的虫草样品外观,青海产虫草的虫体显著大于西藏虫草。经腺苷含量比较试验却发现,西藏虫草的虫体与子座中腺苷含量均高于青海虫草。同时,各虫草子座中腺苷的单位含量均高

于虫体,这与文献报道相吻合^[5]。以上结果对冬虫夏草以虫体大小决定质量优劣的外观评定方法提出置疑。

参 考 文 献

1 姜丽霞,等. 中成药,1993,15(5):33
2 潘锡强,等. 中成药,1994,16(10):12
3 李来生. 色谱,1995,133(4):305
4 毛丽珍,等. 中草药,1993,24(9):467
5 杨世海,等. 中草药,1994,25(9):488
(1999-02-06 收稿)

刺五加提取物中丁香苷的 HPLC 法测定

中国医药研究开发中心(北京 102206) 张世伟* 赵咏丽 鲁学照

摘 要 以 C₁₈柱,甲醇-水-醋酸(150:850:15)为流动相,检测波长为 270 nm,建立了刺五加提取物中主要有效成分丁香苷的 HPLC 法测定。结果表明:本法快速、灵敏、简便、准确。

关键词 刺五加 丁香苷 HPLC

刺五加提取物是从刺五加 *Acanthopanax senticosus* (Rupr. et Maxim.) Harms 的干燥根及根茎中提取有效部位后喷雾干燥而成。其中主要含有丁香苷、异秦皮定、总黄酮等成分。为了更好地控制产品质量,我们探讨并建立了采用 HPLC 法测定该提取物的主要有效成分丁香苷含量的方法。

1 仪器与试剂

仪器:Waters 高效液相色谱仪,501 泵,490 多波长检测器,740 数据处理机。对照品:丁香苷由本室自制。样品:刺五加提取物(吉林白山正茂药业公司生产,批号为 921120,

930319,951209,960142,970351)。甲醇、醋酸,均为分析纯。

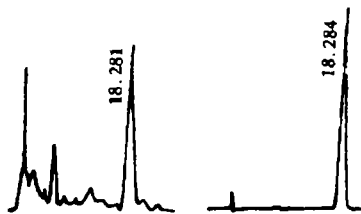
2 色谱条件

色谱柱:YWQ-C₁₈ 4.6 mm×250 mm。流动相:甲醇-水-醋酸(150:850:15);流速:1.0 mL/min。检测波长:270 nm;柱温:室温;在此条件下丁香苷的保留时间为 18.3 min,丁香苷能与其它成分很好分开(见图 1)。

3 实验方法

3.1 对照品溶液的制备:称取丁香苷 2.00 mg 置于 50 mL 容量瓶中,加 95%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。再从中精密吸取 1 mL,

* Address:Zhang Shiwei, National Institute of Pharmaceutical Research & Development, Beijing
张世伟 男,1986 年 7 月毕业于华东理工大学生化工程系,获学士学位,毕业后一直在中国医药研究开发中心工作,副研究员;目前主要从事中药的研究开发工作。



样品 丁香苷对照

图 1 样品 HPLC 图

置 10 mL 容量瓶中,用 95%乙醇稀释至刻度,摇匀。即得丁香苷对照品溶液(4 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

3.2 供试品溶液的制备:精密称取刺五加提取物 0.4 g 左右,加 95%乙醇 50 mL,水浴热回流 2 h,过滤,滤渣用 95%乙醇洗涤 2 次,合并洗液和滤液置 100 mL 容量瓶中加 95%乙醇定容至刻度、摇匀,作为供试品溶液。

4 实验结果

4.1 线性关系考察:精密吸取对照品溶液 2.5,5.0,7.5,10.0,12.5 μL 进样,按上述条件测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标,丁香苷量为横坐标绘制标准曲线,计算出回归方程: $Y=93403X+107036$, $r=0.9996$ 。表明丁香苷在 0.01~0.05 μg 范围内具有良好的

线性关系。

4.2 精密度实验:精密吸取丁香苷对照品溶液 5.0 μL ,连续进样 5 次,测得峰面积,得 RSD 为 1.2%。

4.3 含量测定:精密吸取供试品溶液 5.0 μL 进样,在上述色谱条件下测定丁香苷的含量。(表 1)。

表 1 刺五加提取物中丁香苷含量的测定结果

批号	含量(%)			平均(%)
970351	0.107	0.108	0.106	0.107
960142	0.098	0.101	0.100	0.100
951209	0.108	0.113	0.111	0.110
930319	0.111	0.115	0.113	0.113
921120	0.105	0.109	0.107	0.107

4.4 回收率实验:精密吸取已知含量的刺五加提取物,添加一定量的丁香苷对照品,同供试品溶液的制备一样处理,平行测定 4 份,计算,平均回收率为 99.4%, RSD 为 1.68%。

5 讨论

我们用 HPLC 法测定刺五加提取物中主要有效成分丁香苷的含量,方法快速、准确,可在 20 min 内完成,可作为刺五加提取物质量控制的主要方法。

(1998-11-30 收稿)

贯叶连翘中金丝桃素等有效成分含量分析

西安天诚医药生物工程有限公司(710075) 周 佳* 王春德 刘 莹 邓护军 杨建莉

摘 要 对陕西地区贯叶连翘 *Hypericum perforatum* L. 提取物中金丝桃素类成分进行 HPLC 和 UV 检测,结果表明含量略高于国外同种植物。

关键词 贯叶连翘 金丝桃素 HPLC UV

贯叶连翘 *Hypericum perforatum* L. 在中国民间主要用于止血、抗炎、妇科病等方面^[1]。欧洲民间草药用于治疗创伤也有相当

长的历史。近年来,欧、美等国家和地区将其应用在抑郁症治疗方面,取得了很好的疗效^[2]。据报道金丝桃素、伪金丝桃素还具有抗

* Address: Zhou Jia, Xi-an Tiancheng Drugs & Bioengineering Co. Ltd., Xi-an

周 佳 男,1984 年苏州医学院放射医学系本科毕业,医学学士学位,讲师。大学毕业后曾在兵器工业部卫生研究所和西安医科大学工作,主要从事卫生毒理学的科研和教学。1994 年起在西安天诚医药生物工程有限公司从事植化产品的研究开发工作。曾参与开发了紫杉醇、5-HTP、Kava、石杉碱甲和 Genistein 等植化产品。