

# 毛细管电泳法测定石楠叶中有效成分的含量

刘海兴<sup>2</sup>, 杨更亮<sup>1</sup>, 王德先<sup>1</sup>, 孙素芳<sup>1</sup>, 于爱民<sup>2</sup>

(1. 河北大学化学与环境科学学院, 河北 保定 071002); 2. 吉林大学化学学院, 吉林 长春 130023)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)11-0999-01

石楠叶有祛风、通络、益肾之功效<sup>[1]</sup>。其中的两种有效成分齐墩果酸和熊果酸在抗炎、保肝、止痛、强心等许多疗效方面已被现代科学证实。目前石楠叶中熊果酸的测定方法有薄层色谱法<sup>[2]</sup>。本实验采用毛细管电泳法测得了石楠叶中齐墩果酸和熊果酸异构体的含量。

## 1 实验部分

**仪器与药品:** 美国 Waters Quanta 4000E 毛细管电泳仪。毛细管(河北永年光导纤维厂, 直径 75  $\mu\text{m}$ ) 总长 60 cm, 有效长度 52 cm。数据处理由 Waters Millennium 2010 色谱管理软件完成。Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, SDS, 95% 乙醇均为分析纯。齐墩果酸和熊果酸标准品购自中国药品生物制品检定所。石楠叶购于河北保定市药材公司。水为双蒸馏水。

## 2 方法与结果

**2.1 实验方法:** 实验前, 毛细管依次用 0.1 mol/L 铬酸、重蒸馏水、0.1 mol/L KOH 重蒸馏水各冲洗 5 min, 然后再用缓冲溶液冲洗 4 min。在每两次运行之间, 毛细管仅用缓冲溶液冲洗 4 min。3次运行后, 毛细管需用上面方法清洗一回。运行电压为 16 kV, 214 nm 紫外检测, 重力进样时间为 5 s, 实验温度是 26℃。实验前缓冲溶液用微滤膜过滤。

**2.2 优化的实验条件:** 综合考察缓冲溶液组份浓度、SDS 浓度及有机溶剂(乙醇)含量对齐墩果酸和熊果酸标准混合物分离的影响。确定了最佳的缓冲溶液体系为 15 mmol/L Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>、15 mmol/L Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>、10 mmol/L SDS、5% 乙醇的电解质溶液。在此条件下, 齐墩果酸和熊果酸谱峰能完全分开, 分离度达到 0.98。

**2.3 标准曲线的绘制:** 精确称取适量的齐墩果酸和

熊果酸对照品, 分别溶于一定量乙醇中得标准溶液。以此标准溶液为基础再配成不同浓度的标准品溶液, 在最佳分离条件下进行测定。以谱图中峰面积校正值为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。两种物质的线性回归方程(校正峰面积  $\text{mV}/\text{s}$ , 浓度  $\text{g}/\text{mL}$ ) 和相关系数( $r$ )及线性范围为:

齐墩果酸  $Y = -28.5 + 13.4 \times 10^4 X$  ( $r = 0.997$ )  
线性范围为 0.53~3.56  $\text{mg}/\text{mL}$ 。

熊果酸  $Y = -14.8 + 16.9 \times 10^4 X$  ( $r = 0.996$ )  
线性范围为 0.57~4.12  $\text{mg}/\text{mL}$ 。

**2.4 样品测定:** 精确称取 3.94 g 石楠叶碎块, 放入索氏提取器中, 用 80 mL 95% 乙醇提取 1.5 h, 将提取液浓缩并定容至 50 mL 得样品溶液。在最佳分离条件下运行样品溶液, 测得石楠叶中齐墩果酸含量( $\text{g}/\text{g}$ ) 为 2.79%,  $RSD = 2.67\%$  ( $n = 5$ ); 熊果酸含量( $\text{g}/\text{g}$ ) 为 7.98%,  $RSD = 2.44\%$  ( $n = 5$ )。

**2.5 回收率测定:** 加样回收率测定结果, 齐墩果酸为 102%,  $RSD = 2.85\%$  ( $n = 4$ ); 熊果酸为 104%,  $RSD = 3.21\%$  ( $n = 4$ )。

## 3 讨论

毛细管电泳法测定石楠叶中齐墩果酸和熊果酸的含量具有快速、准确、微量优点。其中齐墩果酸含量为首次给出。此法测得的熊果酸含量高于其它方法测定值, 说明用乙醇提取效率好于甲醇。本文提供了评价石楠叶药材及相关药物质量的一种可靠分析手段。

## 参考文献:

- [1] 江苏新医学院编. 中药大辞典[M]. 上册. 上海: 上海科学技术出版社, 1997.
- [2] 郭莉, 王玉玺, 庄炜. 石楠叶中熊果酸的含量测定研究[J]. 中草药, 1998, 29(5): 314-315.