

率高,传质速度快,选择性高,提取物较干净,省时,减少有机溶剂(本实验未加夹带剂),环境污染小等

参考文献:

[1] 阴健,郭力. 中药现代研究与临床应用[M]. 北京:学苑

出版社,1994.

[2] 张立坤,陈新旺,邹安庆. 高效液相色谱法测定复方制剂中阿魏酸和川芎嗪[J]. 中草药,1996,27(4): 213-214.

[3] 夏开元,阎汝男. 超临界流体萃取技术的原理和应用[J]. 中国中药杂志,1992,27(8): 489.

## RP-HPLC法测定酸枣仁中黄酮碳苷的含量

李玉娟<sup>1</sup>,李萍<sup>2</sup>,李会军<sup>2</sup>,毕开顺<sup>1\*</sup>

(1. 沈阳药科大学药分研究室,辽宁沈阳 110016; 2. 中国药科大学生药学教研室,江苏南京 210038)

**摘要:**目的 建立测定酸枣仁中黄酮碳苷含量的新方法。方法 RP-HPLC法,采用 Hypersil-C<sub>18</sub>柱为分析柱,乙腈-水(17: 83)为流动相,检测波长为 334 nm,流速为 0.8 mL/min。结果 黄酮碳苷在 5.280~14.08 μg/mL 范围内与峰面积呈良好的线性关系( $r=0.9997$ ,  $n=6$ ),平均回收率为 95.8%。结论 该法简便、快速、重现性好,适用于酸枣仁中黄酮碳苷的定量分析。

**关键词:** 酸枣仁;黄酮碳苷;RP-HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)12-1079-02

## Quantitative determination of spinosin in seed of *Ziziphus jujuba* var. *spinosa* by RP-HPLC

LI Yu-juan<sup>1</sup>, LI Ping<sup>2</sup>, LI Hui-jun<sup>2</sup>, BI Kai-shun<sup>1</sup>

(1. Department of Pharmaceutical Analysis, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang Liaoning 110016, China; 2. Department of Pharmacognosy, China Pharmaceutical University, Nanjing Jiangsu 210038, China)

**Abstract Object** To develop a new method for the quantitative determination of spinosin in the seed of *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou. **Methods** The determination was carried on RP-HPLC, using Hypersil-C<sub>18</sub> column, acetonitrile: water (17: 83, v/v) as mobile phase with a flow rate of 0.8 mL/min and detected at the wave length of 334 nm. **Results** The calibration curve was linear in the range of 5.280~14.08 μg/mL. The average recovery rate was 95.8%. **Conclusion** The method is appropriate for the quantitative determination of spinosin.

**Key words** the seed of *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou; spinosin; RP-HPLC

酸枣仁为中医首选安神药。《中国药典》2000年版一部收载其为鼠李科(Rhamnaceae)植物酸枣 *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou 的干燥成熟种子<sup>[1]</sup>。其味酸性平,归肝、胆、心经,主要用于治疗虚烦不眠、惊悸多梦、体虚多汗、津伤口渴等症。研究表明酸枣仁中黄酮碳苷为酸枣仁镇静催眠的有效成分之一<sup>[2,3]</sup>,但迄今其含量测定方法在国内未见报道。本文首次采用 RP-HPLC 法对酸枣仁中黄酮碳苷进行含量测定,该法简便、快速、灵敏度高,适合常规定量分析。

### 1 仪器、试剂和对照品

LC-10A 高效液相色谱仪(日本岛津公司), SPD-10A 紫外检测器(日本岛津公司), C-R6A 积分仪。

乙腈、甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,石油醚、正丁醇均为分析纯,黄酮碳苷对照品由中国药科大学生药学教研室李萍教授提供(纯度为 98.1%),酸枣仁生品药材和炒品药材分别购自辽宁朝阳、山东济南、山东泰安、河北安国(均经沈阳药科大学生药鉴定研究室许春泉高级工程师鉴定)。

### 2 色谱条件及系统适用性实验

色谱柱: Hypersil-C<sub>18</sub> (4.6 mm×200 mm,

\* 收稿日期: 2001-03-20

作者简介: 李玉娟(1975-),女,现在沈阳药科大学攻读药物分析学博士学位。

毕开顺(1956-),男,河北丰南人。1990年毕业于沈阳药科大学,获理学博士学位;1991-1994年赴香港中文大学中药研究中心从事博士后研究工作。现任沈阳药科大学副校长,药学院院长,教授,博士研究生导师。长期从事中药质量标准化研究工作,已发表学术论文 70 余篇。

Tel (024) 23843711-3363 E-mail ksb@mail.sy.ln.cn

5 $\mu$ m),流动相:乙腈-水(17:83),检测波长:334 nm,流速:0.8 mL/min,柱温:室温。

理论塔板数按黄酮碳苷计算,不低于6200,黄酮碳苷与其相邻色谱峰的分度均大于1.5

3 对照品溶液和供试品溶液的制备

精密称取黄酮碳苷对照品11 mg,置25 mL容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,备用。精密吸取该溶液1.0 mL置10 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。精密吸取该溶液0.60, 0.80, 1.0, 1.2, 1.4, 1.6 mL置5 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜过滤,取续滤液备用。此作为对照品溶液。

取8份酸枣仁样品各约1 g,精密称定后置沙氏提取器中,加入100 mL甲醇,回流提取12 h后,将提取液于旋转蒸发仪上挥干甲醇,残渣用30 mL水溶解,定量转移至125 mL分液漏斗中,加入石油醚萃取3次,每次10 mL,收集水层,加入水饱和正丁醇萃取3次,每次10 mL,收集正丁醇层,于旋转蒸发仪上挥干醇,残渣用甲醇溶解,定量转移至5 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,微孔滤膜过滤,取续滤液备用。此作为供试品溶液。

4 HPLC测定

4.1 标准工作曲线的绘制:精密吸取黄酮碳苷各对照液20 $\mu$ L,注入高效液相色谱仪,记录色谱图。以对照品峰面积(Y)为纵坐标,以对照品溶液的浓度( $\mu$ g/mL, X)为横坐标,绘制标准工作曲线,黄酮碳苷在5.280~14.08 $\mu$ g/mL范围内, Y与X呈良好线性。所得标准工作曲线方程如下:

$$Y = 1.44 \times 10^{10} X - 195.1, r = 0.9997 (n = 6)$$

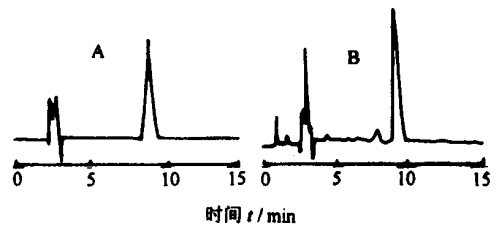
4.2 精密度、重现性与回收率实验:精密吸取同一份样品溶液(河北安国炒品)20 $\mu$ L,重复进样6次, RSD=0.9%。

同一份样品(河北安国炒品)按样品制备项下方法平行制备6份,进样分析, RSD=2.5%。

精密称取同一份样品(河北安国炒品)约0.4 g,共6份,分别加入一定量的黄酮碳苷对照品,按样品

测定方法进行分析,平均回收率为95.8%, RSD=2.2%。

4.3 样品测定:取4个产地的生、炒酸枣仁共8个样品,按样品制备项下方法制备后进样分析,并按外标法计算酸枣仁皂苷A的含量,所得结果见表1,其色谱图见图1



A-黄酮碳苷 B-酸枣仁样品(炒品)

图1 样品 HPLC图

表1 样品测定结果

序号	产地	样品	测定结果(mg/g)
1	山东泰安	生品	0.700
2	山东泰安	炒品	0.726
3	山东济南	生品	0.898
4	山东济南	炒品	1.196
5	辽宁朝阳	生品	1.079
6	辽宁朝阳	炒品	1.101
7	河北安国	生品	1.229
8	河北安国	炒品	1.262

5 结果与讨论

5.1 本文对提取黄酮碳苷的回流时间进行了考察,8, 10, 12, 14 h相比较, 12 h和14 h的高,且12 h和14 h的含量基本相当,因此将提取时间定为12 h

5.2 8个样本的含量测定结果表明,不同产地的酸枣仁中,黄酮碳苷的含量存在一定的差异,可能与不同生长条件有关。同一产地酸枣仁的生品和炒品黄酮碳苷含量差别较明显,说明在炒制后,酸枣仁中的黄酮碳苷更容易溶出。该成分含量的高低是否会影响到酸枣仁的临床疗效,有待进一步研究。

参考文献:

[1] 中国药典[S]. 2000年版一部.  
 [2] Won S W, Sam S K, Sang H S et al. The structure of spinosin(2'-O- $\beta$ -glucosylswer) from *Zizphus vulgaris* var. *spinosus* [J]. *Phytochemistry*, 1979, 18, 353-355.

更正

《中草药》2001年 32卷增刊第 118页表 4更正为:

表 4 乌索酸对肝脏组织学的影响

组别	动物数	气球样变				脂质变性				坏死		
		-	+	++	+++	-	+	++	+++	-	+	++
肝损伤组	10	1	3	4	2	0	2	3	5	4	3	3
乌索酸治疗组	10	4	6	0	0	5	4	1	0	7	3	0