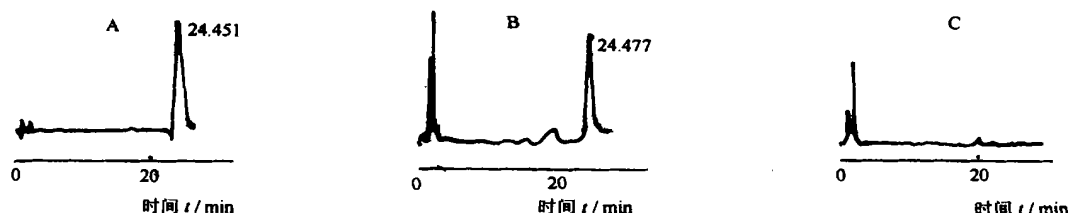


乙醇40 mL, 超声处理40 min, 放冷, 加无水乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 收集续滤液, 即得。

2.3 色谱条件: 色谱柱为 Kromasil ODS 柱 (200 mm × 4.6 mm, 5 μm), 检测波长为343 nm; 流动相为甲醇-水(62 : 38), 手动进样, 进样量20 μL, 流速1 mL/min。在此条件下胡椒碱与其他成分达到基线分离。

2.4 线性关系考察: 精密称取胡椒碱对照品10.32 mg, 置100 mL 棕色量瓶中, 加无水乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 分别精密吸取上述溶液0.50, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL置10 mL 棕色量瓶中, 加无水乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 按上述条件测定, 以浓度为横坐标, 峰面积值为纵坐标, 绘制标准曲线, 经计算回归方程为 $A = 6.47 \times 10^6 C - 38105.3$, $r = 0.9993$, 由此可见, 胡椒碱在0.1032 ~ 0.8256 μg 范围内线性关系良好。



A-对照品 B-样品 C-阴性

图1 海洋胃药的HPLC图

2.10 样品测定: 按含量测定方法共测定了3批样品, 每片含量分别为0.400, 0.339, 0.300 mg。

3 讨论

3.1 由于海洋胃药由9种中药组成, 干扰成分较多, 为了使胡椒碱与其他成分达到有效的分离, 我们通过反复调整流动相的比例, 最终确定甲醇-水(62 : 38)为流动相, 使胡椒碱与其他成分达到基线

2.5 稳定性试验: 取供试品溶液按上述条件分别在0, 1, 2, 3, 4 h进样, RSD 为1.28%, 结果表明, 供试品溶液在4 h内稳定。

2.6 重复性试验: 取同一批号样品按含量测定方法重复测定5次, 其含量均值为0.984 mg/g, RSD 为1.06%。结果表明本方法重复性良好。

2.7 精密度考察: 取供试品溶液按上述条件连续进样5次, RSD 为1.73%, 结果表明方法精密度良好。

2.8 回收率试验: 精密称取样品(含量为0.984 mg/g)5份, 每份为0.3 g, 分别精密加入对照品溶液(浓度为0.1032 mg/mL)3.0 mL, 按含量测定方法测定, 计算回收率, 平均回收率为98.29%, $RSD = 1.5\%$ ($n = 5$)。

2.9 空白干扰试验: 按样品处方工艺制成不含胡椒的阴性对照液, 用与样品相同的色谱条件测定, 在与胡椒碱相同保留时间处无干扰峰, 见图1。

分离。

3.2 胡椒碱见光不稳定, 逐步分解变化, 操作时应尽量避光, 样品应保存在棕色瓶中, 样品进样应在进样前吸取。

3.3 本方法简便、可靠, 可作为含胡椒的其他制剂的含量测定的参考。

影响红豆杉树皮中紫杉醇含量的若干因素

张 鸿¹, 杨明惠^{2*}

(1. 深圳大学科技研究院, 广东 深圳 518060; 2. 云南大理师范高等专科学校, 云南 大理)

中国分类号: R 286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)1-0039-03

天然来源的紫杉醇资源极为有限^[1], 在工业生产中, 针对宝贵的资源, 何时采集、怎样保管仍急需

科学的方法。本文就采集季节、阳光照射、保管方式及存放时间等因素对原材料中紫杉醇含量的影响进

行了研究, 希望为科学地采集、管理紫杉醇原材料提供实验数据。

1 实验部分

1.1 仪器与试药: 岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, SPD-6V 紫外检测器, 大连化学物理所产 C₁₈ 柱 (4 mm × 250 mm), CX-250 型超声震荡器及 80-2 型离心机。

紫杉醇为 Sigma 公司出品, 其它试剂均为国产分析纯试剂。

1.2 样品采集: 所有样品均为云南红豆杉 *Taxus yannanensis* 树皮。依实验要求于 1997 年 2 月至 1998 年 12 月采集于云南省丽江地区。

1.3 样品溶液制备: 干燥样品粉碎过 40 目筛, 准确称取粉末 2 g, 置于 50 mL 磨口具塞三角瓶中, 以 20 mL 甲醇超声提取 30 min, 留上清液, 沉淀再加 20 mL 甲醇, 重复操作。合并上清液, 过滤除渣, 滤液于 50 ℃ 水浴减压蒸干, 残留物溶于 10 mL 水, 并加入 10 mL 二氯甲烷, 超声提取 5 min, 离心, 分离二氯甲烷, 水层再加 10 mL 二氯甲烷, 重复操作, 合并二氯甲烷层, 室温下减压蒸干, 剩余物溶于 0.5 mL 甲醇。制备液均经 0.45 μm 过滤器过滤, 滤液供 HPLC 分析。

1.4 分析方法: 采用文献^[2]报道的方法。流动相: MEOH-H₂O (65 : 35); 流速: 1 mL/min; 检测波长 225 nm; 灵敏度: 0.16 AUFS, 进样量 40 μL, 室温下外标法进行定量分析。

1.5 数据处理: 实验结果以 $\bar{x} \pm s$ 表示, 组间比较用 *t* 检验, 方差不齐时用校正 *t* 检验。全部统计分析利用 Microsoft Excel 软件。

2 结果

2.1 随机抽取同批采集的已干燥的红豆杉树皮 10 份, 每份再分成 2 等份, 使成两组。第一组于 1998 年 5 月进行紫杉醇含量测定, 第二组置常温避光条件下放置 1 年后于 1999 年 5 月进行测定, 结果见表 1。

表 1 原料存放对紫杉醇含量的影响($\bar{x} \pm s$)

组别	紫杉醇含量(%, 干重)	样品数	<i>t</i>	<i>P</i>
第一组	0.0182 ± 0.0023	10	2.116	< 0.05
第二组	0.0158 ± 0.0028	10		

2.2 随机采集常年生长在背阴处的红豆杉树皮若干份, 同时在同一区域随机采集常年受日照充足的红豆杉树皮若干份, 两组分别置阴凉通风处, 待干燥后, 进行紫杉醇含量测定。结果见表 2。

2.3 随机抽取同树采集的红豆杉树皮 6 份, 每份再

分成 3 等份, 使成 3 组。第一组置阴凉避光处风干; 第二组置日光下晒 2 d 至半干, 然后置阴凉避光处风干; 第三组置日光下晒 5 d, 使全干。对 3 组分别进行紫杉醇含量测定。结果见表 3。

表 2 采集前受阳光照射对紫杉醇含量的影响($\bar{x} \pm s$)

组别	紫杉醇含量(%, 干重)	样品数	<i>t</i>	<i>P</i>
日照充足	0.0143 ± 0.0014	8	3.48	< 0.01
日照不足	0.0212 ± 0.0058	9		

表 3 采集后受阳光照射对紫杉醇含量的影响($\bar{x} \pm s$)

组别	紫杉醇含量(%, 干重)	样品数	<i>t</i>	<i>P</i>
第一组	0.0180 ± 0.0030	6	1.19*	> 0.05
第二组	0.0208 ± 0.0047	6		
第三组	0.0189 ± 0.0031	6	0.49*	> 0.05

* 与第一组比较

2.4 分别于 4 月、9 月随机采集同一地点的红豆杉树皮各 10 份, 置阴凉通风处, 待干燥后, 分别进行紫杉醇含量测定。结果见表 4。

表 4 不同季节对紫杉醇含量的影响($\bar{x} \pm s$)

组别	紫杉醇含量(%, 干重)	样品数	<i>t</i>	<i>P</i>
采集于 4 月	0.0192 ± 0.0063	10	2.307	< 0.05
采集于 9 月	0.0142 ± 0.0028	10		

2.5 随机抽取采集后以 3 种不同条件保管的红豆杉树皮, 每种条件抽样 6 份, 共 3 组。第一组为采集后置阴凉通风处摊开干燥; 第二组为采集后堆积放置, 发现有发热现象, 后置阴凉通风处摊开干燥; 第三组为采集后置露天风吹日晒雨淋约 6 个月。对 3 组分别进行紫杉醇含量测定。结果见表 5。

表 5 不同保管条件对紫杉醇含量的影响($\bar{x} \pm s$)

组别	紫杉醇含量(%, 干重)	样品数	<i>t</i>	<i>P</i>
第一组	0.0154 ± 0.0023	6	5.14*	< 0.001
第二组	0.0082 ± 0.0026	6		
第三组	0.0010 ± 0.0008	6	14.8*	< 0.001

* 与第一组比较

3 结论

上述结果表明, 以不同条件保管的红豆杉树皮中紫杉醇含量的改变非常大, 组间差异有非常显著意义; 生长于背阴处的红豆杉, 其树皮中紫杉醇含量明显高于同一区域受光照充足的红豆杉树皮 ($P < 0.01$), 组间差异有非常显著意义。同文献^[3]一致。采集于 4 月的红豆杉树皮中紫杉醇含量明显高于采集于 9 月的样品 ($P < 0.05$), 组间差异有显著意义。同文献^[4]一致。采集后的红豆杉树皮在常温避光条件下放置一年后, 其紫杉醇含量明显降低 ($P < 0.05$), 组间差异有显著意义; 采集后受不同日光照射的红豆杉树皮中紫杉醇含量无显著差异 ($P > 0.05$), 组间差异无统计学意义。

4 讨论

紫杉醇在原材料中的含量不仅与红豆杉的种类、部位有关^[2], 其原材料的采集季节、保管条件也至关重要。采集后的原材料不宜久置, 更不宜堆积发热或长期置于露天日晒雨淋。新采集的原材料可在日光下适当晒至五成干, 加快其干燥速度, 提高生产效率; 而春季 4 月采集较秋季 9 月更佳。工业生产中, 原材料的采集、保管应加强管理, 忽略影响原材料中紫杉醇含量的各种因素, 会严重损害原材料的品质, 导致其紫杉醇含量大幅降低, 从而使生产成本大幅提高。

参考文献:

- [1] Cragg G M, Schepartz S A, Suffness M, *et al.* The taxol supply crisis, new NCI policies for handling the large-scale production of novel natural product anticancer and anti-HIV agents[J]. J Nat Prod, 1993, 56(10): 1657-1668.
- [2] Vidensek N, Lim P, Campbell A, *et al.* taxol content in bark, wood, root, leaf, twig, and seedling from several *Taxus* species[J]. J Nat Prod, 1990, 53(6): 1609-1610.
- [3] Kelsey R G, Vance N C. Taxol and cephalomannine concentrations in the foliage and bark of shade-grown and sun-exposed[J]. J Nat Prod, 1992, 55(7): 912-917.
- [4] Wheeler N C, Jech K, Masters S, *et al.* Effects of genetic, epigenetic, and environmental factors on taxol content in *taxus brevifolia* and related species[J]. J Nat Prod, 1992, 55(4): 432-440.

“中国期刊方阵”介绍 ——《中草药》杂志以“双奖期刊”进入中国期刊方阵——

2001 年 9 月 14 日中华人民共和国科学技术部印发国科发财字〔2001〕340 号文件“关于公布科技期刊方阵名单的通知”。文中讲: 根据新闻出版总署“建设‘中国期刊方阵’工作方案”的通知精神, 科技期刊的评选推荐工作由科技部负责组织。按照期刊方阵入选要求和比例, 经部门推荐、专家评审, 最终选出科技期刊 716 种进入中国期刊方阵。《中草药》杂志进入中国期刊方阵。

“中国期刊方阵”最早是由中央领导同志提出的, 在 2000 年 12 月 18 日, 国家新闻出版总署石宗源署长在全国报刊管理工作会议上做出“改革进取, 加强管理, 创立品牌, 推动我国报刊业的繁荣健康发展”的讲话上, 对中央领导同志提出的建设“中国期刊方阵”的问题进行了详尽的解答。石署长在文中指出, 建设“中国期刊方阵”就是要在期刊出版中实施“精品战略”, 创出一批品牌期刊, 使之成为中国期刊的“中坚”。这就要求期刊的总编、主编以及从业人员要增强政治意识、质量意识、品牌意识、市场意识、人才意识, 迎接挑战, 创立品牌, 推动我国期刊走向世界。

关于“中国期刊方阵”新闻出版署初步设想是建设一个宝塔型的方阵, 分为四个层面: 第一个层面是

“双效”期刊, 就是以全国现有的 8 000 多种期刊为基数, 选取 10% ~ 15% 社会效益、经济效益都好的重点期刊, 大约 1 000 种左右。这一部分是“中国期刊方阵”的基础, 由新闻出版署制定统一的标准。第二个层面是“双百”期刊, 就是每两年一届滚动式评选的百种重点社科期刊和百种重点科技期刊。这一层面虽然只有 200 种, 但在“中国期刊方阵”中是最充满活力的。第三个层面是“双奖”期刊, 就是获得国家期刊奖和获得国家期刊奖提名奖的期刊, 每 3 ~ 4 年评选一次, 获奖期刊 100 种左右。这一部分基本是大刊名刊, 具有较强的自我扩张能力, 它们实际上已经是国内的名牌期刊。第四个层面是“双高”期刊, 就是高科技和高学术水平的期刊。根据世界期刊协会和其他国际权威质量认证机构提供的信息, 我国有 100 种科技期刊被列为在国际科技界有影响的期刊。尽管评价的标准不尽相同, 但这一部分期刊仍可作为创立有世界影响的名牌期刊的基础。重点抓 50 种, 争取经过 5 年的努力, 创出 10 个至 20 个在世界有影响的名牌期刊。

《中草药》杂志以“双奖期刊”进入了中国期刊方阵。我们今后还要继续努力, 争取将刊物办的更好, 为我国医药事业做出更大的贡献。