

References

- [1] Ran M X, Zhou H Q. *Handbook Modern Cultivation and Processing of Chinese Traditional Medicine* (现代中药栽培与加工手册) [M]. Beijing: The Press of China Traditional Chinese Medicine Publishing House, 1999.
- [2] Zhao X Y, Yan X H. The biology and integrated control of ch-

rysanthemum gall midge (*Epiymiu sp.*) in the medical chrysanthemum [J]. *J Henan Agri Sci* (河南农业科学), 1994, 11: 28-29.

- [3] Cheng F Z, Yang Z Z. The biology and control of the gall midge (*Epiymiu sp.*) in Qiju (Chrysanthemum) [J]. *Sci Tech Inf Baoding* (保定科技情报), 1990, 1: 30-35.

HPLC测定半枝莲中野黄芩苷的含量

李守拙, 潘海峰

(承德医学院中药研究所, 河北 承德 067000)

半枝莲为清热解毒药,其主要有效成分为野黄芩苷。为了控制该药材的内在质量,我们建立了HPLC测定该药材中野黄芩苷的含量测定方法。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:日本岛津 LC-10 ATvp 高效液相色谱仪;Mettler AG-245 分析天平。

1.2 试剂:野黄芩苷对照品,纯度 98.2%,由本所植化研究室提供;甲醇 (GR) 北京化工厂,乙酸 (AR);半枝莲:由九江森林植物标本馆帮助在全国各地采集及采购,并经该馆谭策铭教授鉴定为唇形科植物半枝莲 *Scutellaria barbata* D. Don 的干燥全草。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱: Shim-pack CLC-ODS (M);流动相: 甲醇-水-乙酸 (35: 61: 4);流速: 0.5 mL/min;柱温: 25℃;检测波长: 335 nm;灵敏度: 0.05 AUFS;进样量: 10 μ L;外标峰面积法定量。

2.2 供试品溶液与对照品溶液的制备:取样品粉末(通过 3号筛)约 1g,精密称定,置索氏提取器中用 50 mL 石油醚 (60℃~ 90℃) 提取至无色,取出,晾干。在索氏提取器中用 80 mL 甲醇连续提取至无色,使野黄芩苷提取完全,放冷,滤过,滤液置 100 mL 量瓶中,用少量甲醇分数次洗涤容器,洗液滤入同一量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

另精密称取在 60℃ 真空干燥后的野黄芩苷对照品适量,加甲醇制成 0.3 mg/mL 野黄芩苷溶液,作为对照品溶液。

2.3 线性关系:取浓度为 0.401 mg/mL 的野黄芩苷对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10 μ L 依次进样,在前述色谱条件下测定野黄芩苷峰面积,以对照品进样量

(X)为横坐标,峰面积 (Y)为纵坐标,回归得直线方程 $Y = 171\ 871 X + 4\ 309$, $r = 0.999\ 9$ 。结果表明,野黄芩苷进样量在 0.802~ 4.01 μ g 峰面积积分值与其浓度呈良好的线性关系。

2.4 重现性试验:平行 8份样品,按供试液制备方法制备,各进样 10 μ L,测定野黄芩苷的含量,结果 $RSD = 1.86\%$ ($n = 8$)。

2.5 稳定性试验:取一份样品溶液,每隔 1h 进样一次,共测定 8次,结果 $RSD = 1.68\%$ ($n = 8$),说明样品溶液在 8h 内稳定。

2.6 加样回收率试验:精密称取已知野黄芩苷含量的半枝莲药材粉末,加入不同量野黄芩苷对照品,按供试品溶液制法制备,依法测定,其回收率为 98.3%, RSD 为 2.09% ($n = 6$)。

2.7 样品中野黄芩苷含量测定:供试品分为商品半枝莲药材及野生采集的半枝莲药材,制备样品后,吸取对照品溶液及供试品溶液各 10 μ L 分别进样,以外标法计算半枝莲药材中野黄芩苷的百分含量,商品及野生采集的半枝莲药材的含量测定结果分别见表 1, 2。

3 小结与讨论

供试品溶液的制备曾摸索过热回流法、冷渗法、超声波提取法等方法,但效果均不满意,因为热回流法制取的样品液杂质太多,冷渗法耗时过长,超声波提取法在样品提取 2h 后,其浓度仍在不断增加,没有提取完全,经反复试验,用索氏提取器进行提取是可行的。

HPLC测定半枝莲药材中野黄芩苷含量,具有方法简便,专属性强等优点,可作为半枝莲药材中野黄芩苷的含量测定方法。另外,通过不同产地采收的

收稿日期: 2002-03-29

基金项目:“九五”国家攻关课题 (96-903-02-02)

作者简介:李守拙 (1957-),男,河北省承德市人,承德医学院教授,1980年毕业于河北医学院药学系,理学学士,研究方向为中药制剂、分析及中药新药研究。Tel: 0314-2889105 E-mail: Lisz0114@ yahoo.com.cn

表 1 商品半枝莲含量测定结果

Table 1 Determination results of commercial *S. barbata*

序号	采购时间	采购地点	野黄芩苷含量 %
1	1998-04-17	河北承德大生堂药店	0.122
2	1998-04-17	河北承德药材公司	0.586
3	1998-04-21	北京同仁堂药店	0.610
4	1998-04-22	河北安国药材市场	0.530
5	1998-04-22	河北安国常丰药栈	0.354
6	1998-04-25	河北沧洲药材公司	0.607
7	1998-04-26	石家庄乐仁堂药店	0.110
8	1998-05-04	广西南宁药材公司	0.697
9	1998-05-11	广州市药材公司	0.553
10	1998-05-13	江西九江药材公司	0.425
11	1998-05-16	江西樟树药材市场	0.743
12	1998-05-20	南京药材站	0.053

表 2 野生采集半枝莲含量测定结果

Table 2 Determination results of wild *S. barbata*

序号	采购时间	采购地点	野黄芩苷含量 %
1	1998-04-10	广东和平县	0.891
2	1998-05-12	广东和平县	0.671
3	1998-05-14	四川万县	0.863
4	1998-05-08	河北安国	0.131
5	1998-05-20	河北承德	0.847
6	1998-06-10	广东和平县	0.982
7	1998-06-12	四川万县	0.842
8	1998-05-20	湖北恩施	0.717
9	1998-06-05	湖北恩施	0.367
10	1998-08-05	江西九江	0.205
11	1998-08-10	四川万县	0.292
12	1998-07-05	江西九江	0.496

野生半枝莲药材及不同产地的商品半枝莲药材中野黄芩苷的含量测定。其采集品半枝莲药材的平均含量 0.641% ($n=12$), 高于商品半枝莲药材的平均含量 0.449% ($n=12$), 最高含量为 0.982%, 最低含

量为 0.053%, 其中含量大于 0.2% 的有 20 批样品, 占总样品批次 (24 批) 的 83%, 据此, 建议其野黄芩苷含量应不低于 0.2%, 以保证半枝莲药材采收及加工的质量。

2003年中国药理学发展奖推荐工作全面启动

中国药理学发展奖是经国家科技部奖励工作办公室于 2001年 3月 8日批准的全国性医药领域中的奖项, 它也是奖励个人的奖项, 下设 3 个奖项即学科奖、地奥中药奖、康辰骨质疏松医药研究奖, 2001年有 28人获奖。学科奖设特别贡献奖、中药奖、生物技术药品奖、药物化学奖、药理学奖、药剂学奖、药物分析奖、医院药理学管理奖、药学企业管理奖。根据大家提议, 2003年学科奖增设杰出青年学者奖。地奥中药奖设一、二、三等奖; 康辰骨质疏松医药研究奖设特别贡献奖、学科成就奖和杰出青年学者奖。奖金 5千至 2万元, 两年评审一次。学科奖、地奥中药奖是药理学发展基金委员会和中国药学会联合举办的; 康辰骨质疏松医药研究奖是药理学发展基金委员会和骨质疏松基金委员会联合举办的。

中国药理学发展奖的设立, 旨在对我国药理学领域中做出突出贡献或取得重大科技成果的科技工作者进行表彰、宣传和物质奖励。激励科技工作者跟踪和超越世界先进水平, 为振兴药理学、推动药理学事业的发展做出更大的贡献。推荐工作已在全国范围内进行, 截止时间为 2003年 5月 31日。届时由院士、专家组成的评审委员会进行评审并公示, 在北京人民大会堂请国家领导和院士等为获奖者颁奖。

(药理学发展基金吕国持、陈秀兰、马剑文)