

伊利石和绿泥石

从定向 X 射线衍射图看, $d_{001}=1.2\sim 1.4\text{ nm}$, 说明该样品不是皂石 (saponite- 1.5 nm), 应为钠蒙脱石, 但不是纯钠蒙脱石, 经乙二醇饱和, 层间距增大到 1.7 nm , 则较接近蒙脱石 (montmorillonite- 1.4 nm), 结合元素分析结果, 对比标准图谱, 初步确定该蒙脱石的可能化学结构式为:

$\text{Na}_{0.3}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})$ 或 $\text{Na}_{0.3}\text{Mg}_3(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})$
为了区分伊利石、绿泥石、高岭石和蒙脱石, 将同一试样在 550°C 加热 2 h , 再作 X 射线衍射分析, 衍射结果表明, 1.7 nm 峰收缩到 0.98 nm , 且没有了 1.4 nm 左右的峰, 说明蒙脱石中无绿泥石。定向片上没有 $1.0, 0.5\text{ nm}$ 特征峰, 说明也无伊利石。但有少量高岭石 (特征峰为 0.7167 和 0.3576 nm)。

2.2 在蒙脱石类矿物的 X 射线衍射谱线中, 底面 (d_{001}) 反射的强度最大, 是鉴定蒙脱石类矿物最重要的特征之一, 自然界蒙脱石类矿物的 d_{001} 一般有以下变化:
可交换阳离子 Na^+ , Ca^{2+} 的 d_{001} 分别为 1.25 mm $\pm$, 1.55 nm $\pm$ 。
为了研究蒙脱石的片层结构及层间吸附和膨胀性能, 常将样品浸润在某种有机络合物溶液 (乙二醇及

甘油) 中, 因为有机物分子比水分子大, 所以使结构层间距增加。一般蒙脱石类矿物经乙二醇或甘油处理后, 其 d_{001} 面的数值分别增大到 1.70 nm $\pm$ 和 1.77 nm $\pm$, 而且各次级的底面反射有规律的出现, 线条也清楚, 强度也增加。从蒙脱石的自然定向片衍射图 1 和表 1 可以看出, 在 $d_{001}=1.2\sim 1.4\text{ nm}$ 有一大宽峰, 0.7 nm 峰很弱, 另外还有少量的石英峰 0.4251 nm 和 0.3343 nm , 仅此还不能下结论。经乙二醇饱和 7 h 后, 再作 X 射线衍射, 发现 $d_{001}=1.2\sim 1.4\text{ nm}$ 大宽峰消失, 而出现更强且比较窄的 1.7 nm 峰, 这就是蒙脱石层间吸附有机分子膨胀的结果, 由此可以说明, 蒙脱石的层间域在一定的条件下是可变的, 随着被吸附物质分子的大小而改变, 但这种变化是有限度的。

References

[1] Kreuter J. Nanoparticles as adjuvants for vaccine [J]. *Pharm Biotechnol*, 1995 (6): 463-472.
[2] Kreuter J. Nanoparticles and microparticles for drug and vaccine delivery [J]. *J Anat*, 1996, 189 (3): 503-505.
[3] Stieneker F, Kreuter J, Lower J, *et al.* High antibody titres in mice with polymethylmethacrylate nanoparticles as adjuvant for HIV vaccines [J]. *AIDS*, 1991, 5 (4): 431-435.

野罂粟采收期的研究

赵春颖*

(承德医学院中药研究所, 河北 承德 067000)

摘 要: 目的 研究不同采收期对野罂粟全草中野罂粟碱含量的影响, 为开发提供依据。方法 高效液相色谱法。色谱柱为 Shim-Pack CLC-ODS ($4.6\text{ mm}\times 250\text{ mm}$), 流动相为甲醇-水-二乙胺 ($550: 450: 0.45$), 波长 261 nm , 外标法。结果 不同采收期野罂粟中野罂粟碱含量差异较明显, 其中 7、8 月份含量较高。结论 每年 7、8 月份采收野罂粟全草最适宜。
关键词: 野罂粟; 采收期; 野罂粟碱; 高效液相色谱
中图分类号: R282.4 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2003)03-0264-03

Studies on harvest period for *Papaver nudicaule*

ZHAO Chun-ying

(Institute of Chinese Materia Medica, Chengde Medical College, Chengde 067000, China)

Abstract **Object** To study the content of nudicauline in *Papaver nudicaule* L. from different harvest period, so as to provide the basis for development of the plant. **Methods** The nudicauline content in *P. nudicaule* was determined by HPLC with Shim-Pack CLC-ODS ($4.6\text{ mm}\times 250\text{ mm}$), mobile phase was

* 收稿日期: 2002-08-28
基金项目: 国家生命中心“1035”工程中标课题
作者简介: 赵春颖, 女, 蒙古族, 河北省平泉县人, 助理研究员, 理学硕士, 1999年毕业于河北农业大学植物生理生化专业, 研究方向为中草药栽培与成分分析。 Tel (0314) 2064592-8248 或 (0314) 2069594

methanol-water-diethylamine (550∶ 450∶ 0. 45), detection wavelength was at 261 nm. **Results** The contents of nudicauline in *P. nudicaule* were greatly different from different harvest period, the content of nudicauline is higher in both July and August. **Conclusion** The whole plant is best harvested during July and August.

Key words *Papaver nudicaule* L; harvest period; nudicauline; HPLC

野罂粟为罂粟科植物野罂粟 *Papaver nudi-caule* L. 的全草,主要分布于东北、山西、宁夏和新疆等地,具有止咳息喘之功效^[1]。野罂粟的全草主要含有生物碱类成分,其中野罂粟碱是起主要药理作用的活性成分之一^[2]。不同的采收期对野罂粟药材的质量影响很大,因此,为确定最佳采收期,我们以栽培的野罂粟为样品,以野罂粟碱的含量作为成分指标,对其采收期进行了研究,为确定最佳采收期提供参考。

1 材料、仪器及试剂

1. 1 药材:野罂粟采自承德医学院院内药材标本园,从 4月 20日至 10月 20日,每隔 1个月采集 1次,共 7个样品,原植物经中国医学科学院药物研究所陈毓亨教授鉴定无误。

1. 2 仪器:日本岛津公司 UV 1575高效液相色谱仪,梅特勒 AG254型电子分析天平。

1. 3 野罂粟对照品为自制,纯度为 98% 以上, HPLC所用试剂甲醇为优级纯,其他为分析纯。

2 方法与结果

2. 1 HPLC 色谱条件:色谱柱为 Shim-Pack CLC- ODS (4. 6 mm× 250 mm),流动相:甲醇-水-乙胺 (550∶ 450∶ 0. 45);流速:0. 5 mL/min;柱温为室温,检测波长 261 nm

2. 2 线性关系考察:精密称取野罂粟碱对照品 2. 02 mg 置 10 mL 容量瓶中,加少量甲醇溶解,补加甲醇至刻度,作为对照品溶液,对照品溶液浓度为 0. 202 mg/mL,精密吸取野罂粟碱对照品溶液 1, 2, 4, 6, 8 μ L 依次进样,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值为纵坐标,对照品进样量 (μ L) 为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $Y= 530\ 862\ 29X- 52\ 674. 03$, $r= 0. 999\ 6$,在 0. 202~ 1. 616 μ g 具有良好的线性关系。

2. 3 精密度试验:取浓度为 0. 061 mg/mL 的标准品溶液进样,进样量 20 μ L,重复测定 8次,其 RSD 为 3. 5%。

2. 4 稳定性试验:按含量测定项下制备样品溶液的方法制备野罂粟碱的样品溶液 1份,每隔 2 h 进样 1次,进样量 20 μ L,结果表明,样品中的野罂粟碱峰

面积在 10 h 内稳定, $RSD= 1. 52\%$ 。

2. 5 重复性试验:精密称取野罂粟全草粉末约 1 g,平行 8份,按含量测定项下的提取方法制备样品溶液,每份进样 1次,进样量 20 μ L,取峰面积的平均值计算,其 $RSD= 3. 8\%$ 。

2. 6 加样回收率试验:精密称取野罂粟全草粉末约 0. 5 g,平行 9份加入 0. 202 mg/mL 的标准品溶液 0. 8, 1. 0, 1. 2 mL,按含量测定项下的提取方法制备样品溶液,每份样品进样 2次,进样量 10 μ L,根据峰面积积分值及加入的标准品量计算回收率为 97. 5%, RSD 为 1. 94% ($n= 9$)

2. 7 不同采收期的野罂粟全草中野罂粟碱的含量测定:将不同采收期的野罂粟全草粗粉 (10目) 1 g,每个样品平行 3份,加 12倍量水浸泡, 5% 盐酸调 pH= 4,放置过夜后,过滤,浓缩滤液后加 A 型澄清剂, B 型澄清剂,离心,上清液碱化后过大孔吸附树脂, 95% 乙醇洗脱,回收乙醇得粗总生物碱干膏,氯仿萃取,回收氯仿后甲醇定容 1 mL 容量瓶中,得样品溶液,每份进样 2次,进样量 10 μ L,取峰面积的平均值计算含量,标准品随行对照,结果见表 1

表 1 不同采收期野罂粟中野罂粟碱的含量 ($n= 6$)

Table 1 Content of nudicauline in *P. nudicaule* from different harvest period ($n= 6$)

采收月份	野罂粟碱含量 %
4	0. 034± 0. 001
5	0. 042± 0. 002
6	0. 044± 0. 002
7	0. 053± 0. 001
8	0. 056± 0. 003
9	0. 041± 0. 003
10	0. 039± 0. 002

3 结论和讨论

3. 1 实验结果表明,不同采收期野罂粟中野罂粟碱含量差异较明显,含量随月份从 0. 034%→ 0. 056%→ 0. 039%,其中 7, 8月份含量较高,因此认为采收野罂粟全草时应在秋季采收。

3. 2 本实验采用 HPLC 法测定野罂粟全草中野罂粟碱的含量,精密度较高,重复性好,且本课题组已从野罂粟药材中分离得到了纯品野罂粟碱。野罂粟

碱性性质稳定,水溶性好,一般条件不易被破坏,是野罂粟全草的特有成分,可作为野罂粟药材的检测指标,根据实验结果计算,野罂粟全草中野罂粟碱含量的限量不应低于 0.03%。

References

[1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publisher, 1977.

[2] Zhang Y J, Yu Y F, Kang S W. Studies on the chemical constituents of capsule of *Wild Poppy (Papaver nudicaule)* (I) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1997, 28 (1): 7-8.

不同来源桑白皮东莨菪内酯含量测定

孙静芸,周羽琪,李洪玉,章建民*
(浙江省中医药研究院,浙江 杭州 310007)

摘要:目的 研究不同来源桑白皮东莨菪内酯含量和测定方法。方法 采用 HPLC法,以 MeOH-H₂O-HAc (40∶60∶0.25)为流动相,345 nm为检测波长。结果 东莨菪内酯平均回收率为 98.88%,RSD为 1.91%,线性范围为 0.025 6~0.128 μg,不同来源最高含量为 0.017 3%,最低含量为 0.002%。结论 HPLC测定法简便、稳定可靠,重复性好,灵敏度高。
关键词: 桑白皮;东莨菪内酯;HPLC;含量测定
中图分类号: R282.6 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2003)03-0266-03

Determination of scopoletin in *Cortex Mori* from different sources

SUN Jing-yun, ZHO U Yu-qi, LI Hong-yu, ZHAN G Jian-min
(Zhejiang Academy of TCM, Hangzhou 310007, China)

Abstract **Object** To study the contents and the determinating method of scopoletin in *Cortex Mori* from different sources. **Methods** Scopoletin was determined by HPLC. The mobile phase was MeOH-H₂O-HAc (40∶60∶0.25). Detection wavelength was at 354 nm. **Results** The average recovery was 98.88% with RSD= 1.9% and the linear range was 0.025 6~0.128 μg. The highest content of scopoletin was 0.017 3% and the lowest content was 0.002% from different producing areas. **Conclusion** The method is easy, accurate, reliable with good reproducibility and high sensitivity.
Key words *Cortex Mori*; scopoletin; HPLC; content determination

桑白皮为桑科植物桑 *Morus alba* L. 的干燥根皮。有关与泻肺平喘、利水消肿功效相吻合的活性成分研究文献未见报道。我们以平喘、利尿作用为指标,进行药理筛选,经分离、鉴定,其有效单体为东莨菪内酯(scopoletin),与文献一致^[1]。为测定该成分在不同来源桑白皮中的含量,进行了 HPLC 测定方法学的研究

1 实验部分

1.1 仪器与试剂:岛津 LC-10ATVP 高效液相色谱仪;SPD-10AVP 紫外检测器;岛津 UV-265 型紫外分光光度仪;HS 色谱工作站;色谱柱 Shim-PackVP-ODS (150 mm×4.6 mm),甲醇(色谱

纯);重蒸水,东莨菪内酯对照品(自制经 XRD, MS, IR,¹HNMR 鉴定与文献一致^[1],经标定纯度为 99.37%),其余试剂均为分析纯。

1.2 样品:批号 A961111 (浙江昌化)、A970603 (湖北)、A980318 (四川成都)、B970600 (浙江嘉兴)、A970601 (浙江嘉兴)、B970301 (浙江桐乡炉头镇单桥村)、B970605 (浙江桐乡)、B970316 (山东泰安南李村)、B970405 (江西樟树店下乡)、B980203 (浙江诸几),由高家鉴主任中药师鉴定均为桑科植物桑 *M. alba* L。

1.3 含量测定

1.3.1 色谱条件与系统适用性试验:用十八烷基硅

* 收稿日期: 2002-05-18
基金项目:“九五”国家重点科技攻关项目 (96-903-02-03)