

## References

- [1] Lu M Y, Huang X F, Ma X H. Content determination of scopoletin in Dinggong Teng Injection and analysing of quality by TLC scanning [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1993, 18 (3): 158-160.
- [2] Zhang J L, He X F, Zhou Z H. HPLC determination of five constituents in plants of genus *Ligusticum Sinense* [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1996, 31(8): 622-624.

## 紫丁香叶中丁香苦苷的 RP-HPLC 法测定

王艳宏, 李永吉, 王艳芝\*, 吕邵娃, 杨志欣\*  
(黑龙江中医药大学药学院, 黑龙江 哈尔滨 150040)

**摘要:** 目的 建立紫丁香叶及其制剂的质量控制方法。方法 采用 RP-HPLC 法测定紫丁香叶中丁香苦苷的含量。色谱柱: Nova-Pak<sup>®</sup>C<sub>18</sub>(3.9 mm×150 mm); 流动相: 甲醇-水 (3: 7); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 221 nm; 柱温: 25℃。结果 紫丁香叶中丁香苦苷的含量为 1.435 mg/g, RSD 为 1.24% (n=3)。结论 本法灵敏度高, 重现性、稳定性好, 测定迅速, 结果准确。

**关键词:** RP-HPLC; 紫丁香; 丁香苦苷

中图分类号: R282.6 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2003)03-0268-02

Quantitative determination of syringopicroside in leaves of *Syringa oblata* by RP-HPLC

WANG Yan-hong, LI Yong-ji, WANG Yan-zhi, LU Shao-wa, YANG Zhi-xin

(College of Pharmacy, Heilongjiang University of TCM, Harbin 150040, China)

**Key words** RP-HPLC; *Syringa oblata* Lindl.; syringopicroside

紫丁香叶为木樨科植物紫丁香 *Syringa oblata* Lindl. 的干燥叶。由于其抑菌谱广、抑菌力强, 具有对抗细菌耐药性的特点, 现已载入黑龙江省药品标准。活性物质基础主要为酪醇、3,4-二羟基苯乙醇、对羟基肉桂酸、3,4-二羟基苯甲酸、丁香苦苷等<sup>[1]</sup>。20世纪80年代后未见紫丁香叶及其制剂的含量测定方法的报道。本研究采用 RP-HPLC 法首次建立了丁香苦苷的含量测定方法, 从而为紫丁香叶及其制剂的质量控制提供科学依据。

## 1 仪器与试药

HPLC 色谱仪: Waters 680-DAD 系统 丁香苦苷对照品 (自制, 纯度 98.8%) 甲醇 (色谱纯), 超纯水, 乙醇, 乙酸乙酯 (均为分析纯); 紫丁香叶药材 (采自哈尔滨市郊的紫丁香叶, 原植物经黑龙江中医药大学药教研室鉴定无误)。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Nova-Pak<sup>®</sup>C<sub>18</sub> 3.9 mm×150 mm; 流动相: 甲醇-水 (3: 7); 流速: 1.0 mL/min; 检

测波长 221 nm; 柱温 25℃。色谱图见图 1

2.2 线性关系: 精密称取减压干燥至恒重的丁香苦苷对照品 5.0 mg, 加甲醇使溶解, 定容至 25 mL。0.45 μm 微孔滤膜滤过。分别精密吸取 2.5, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 μL, 依次进样, 按上述色谱条件测定峰面积, 以峰面积 (Y) 为纵坐标, 丁香苦苷的进样量 (X) 为横坐标, 绘制标准曲线。回归方程为:  $Y = -3945.4 + 1766.531.4X$ ,  $r = 0.9995$  (0.5~4.0 μg)

2.3 样品溶液的制备: 取 20 g 紫丁香叶粉 (60℃干燥至恒重), 精密称定, 加 200 mL 蒸馏水浸泡 30 min, 沸水浴加热回流 2 次 (每次均 200 mL, 1 h), 滤过, 滤液合并, 减压浓缩至 40 mL, 调 70% 醇沉静置 24 h 后离心取上清液, 减压回收乙醇至 30 mL, 乙酸乙酯萃取 3 次 (30, 30, 30 mL), 合并萃取液并回收至干, 残渣加 50 mL 甲醇溶解, 定容至 100 mL。0.45 μm 微孔滤膜滤过, 备用。

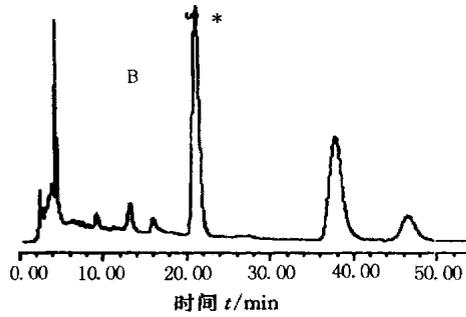
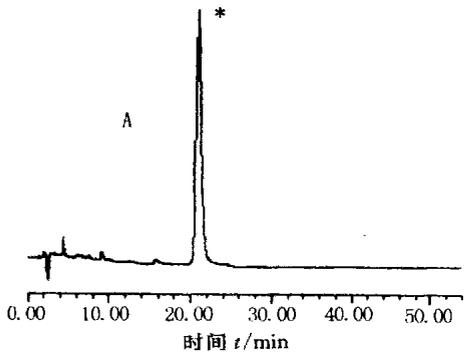
2.4 样品的测定: 精密吸取样品溶液 10 μL 进样, 按上述色谱条件测定峰面积, 以外标法计算含量, 结果

\* 收稿日期: 2002-05-30

基金项目: “十五”国家科技攻关项目 (2001AB701A07-15)

作者简介: 王艳宏 (1972-), 女, 黑龙江省人, 讲师, 1995-1998 年在黑龙江中医药大学攻读硕士学位, 毕业后一直在黑龙江中医药大学药学院从事教学和科研工作, 主要从事经皮给药及中药注射剂的研究。Tel (0451) 2193439(0) E-mail wrdx@sohu.com

\* 2001 年考入沈阳药科大学攻读博士学位



\* 丁香苦苷对照品

\* -syringopicroside reference substances

图 1 丁香苦苷对照品 (A)和紫丁香叶样品 (B)色谱图

Fig. 1 Chromatograms of syringopicroside reference substance (A) and sample of *S. oblata* leaves (B)

平均含量为 1.435 mg/g, *RSD* 为 1.24% ( $n=3$ ),  
 2.5 精密度实验 精密吸取对照品溶液 10 $\mu$ L, 重复进样 6次, 丁香苦苷峰面积的积分值的 *RSD* 为 1.19%.  
 2.6 重现性实验: 按 2.4项下测定方法对紫丁香叶药材重复测定 5次, *RSD* 为 1.98%.  
 2.7 稳定性实验: 取紫丁香叶样品溶液, 在 0, 0.5, 1, 4, 8, 24, 48, 72 h 分别进样 20 $\mu$ L, 记录峰面积, 结果 8次进样丁香苦苷的峰面积的 *RSD* 为 2.01% ,

表明供试品溶液在 3 d内稳定

2.8 加样回收率实验: 取已知含量的紫丁香叶药材约 1 g, 加入对照品适量 (5 mg), 按样品测定法测定, 计算回收率。结果丁香苦苷的平均回收率为 99.6%, *RSD* 为 2.04%,  $n=6$

### 3 讨论

3.1 紫丁香是东北地区的观赏植物, 在《本草纲目》中无收载。但现代研究表明其抑菌谱广 (对 24 个种、型的致病菌有抑制作用)、抑菌力强 (药效与青霉素、庆大霉素、痢特灵等化学抗菌药相当), 且由于是多种成分的复合作用, 具有对抗细菌耐药性的特点。以其为原料生产的胶囊、片剂治疗痢疾、急性黄疸性肝炎<sup>[2]</sup>, 均收到较好疗效。为此建立药材和制剂质量控制方法尤为重要

3.2 本研究尚处起步阶段, 紫丁香叶中其他活性成分的 HPLC 分析方法正在逐步建立

3.3 样品溶液在制备时, 水煎液直接进行分析杂质干扰很大, 难以达到基线分离, 且对色谱柱污染较大。水煎液依次采用 70% 醇沉, 乙酸乙酯萃取后, 分离效果有了明显改善, 流动相配比经选择后选取甲醇-水 (3: 7), 既可取得较短的保留时间, 同时又可与杂质峰分离

3.4 本法测定紫丁香叶中丁香苦苷的含量, 方法灵敏度高, 重现性、稳定性好, 测定迅速, 结果准确。从而为紫丁香叶及其制剂的质量控制提供科学依据。

### References

[1] Wang D D, Liu S Q, Chen Y J, et al. Studies on the active constituents of *Syringa oblata* Lindl. [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1982, 17 (12): 951-954.  
 [2] Department of Infectious Diseases of First Hospital of Jilin University of Medical Sciences. The preparation and clinical effect on icterohepatitis of Dingxiang Tablets [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1978 (1): 18.

## 血党与朱砂根的生药鉴别

金 芝<sup>1</sup>, 倪菊香<sup>2\*</sup>

(1. 浙江省金华市中医医院, 浙江中医学院附属三院, 浙江 金华 321000; 2. 浙江大学医学院妇产科医院, 浙江 杭州 310006)

血党又名矮茎朱砂根, 九血管, 系紫金牛科植物血党 *Ardisia brevicaulis* Diels。在浙江、福建、江西民间习称矮茶, 其全株用于治疗风湿痹痛症。经调查发现, 血党对年老体弱、血虚、血流不畅所致的腰背

疼痛、肢体麻木、筋脉拘挛、屈伸不利以及痹症年久不愈的治疗效果良好。血党主产于福建、江西、台湾、湖南、湖北、广东、广西、云南、贵州、四川等省, 浙江西南山区有分布。由于民间用量较大, 价格较贵, 因

\* 收稿日期: 2002-09-18

作者简介: 金 芝 (1951-), 女, 浙江温州人, 副主任中药师, 1975年金华卫校中药专业毕业, 1985年北京前进修学院大专班毕业。