

References

[1] Li Y F, Li J, Zhang J M. The medicinal value study of the xylem part of *Paeonia suffrution* Andr.— qualitative and quantitative analysis of paeoniflorin [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1994, 25 (11): 580-581.

[2] Gao L X, Liang S Q, Wang L, *et al.* The reversed phase TLC analysis of paeonol and paeoniflorin in *Paeonia suffru-*

tion Andr. [J]. *J Shandong Coll Tradit Chin Med* (山东中医学院学报), 1995, 19 (4): 266.

[3] Shan W H, Zhang L, Shi Y Z, *et al.* The influence of precipitation at different ethanol concentration on paeoniflorin content in *Paeonia suffrution* Andr. [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 1998, 9(4): 320-321.

三花龙胆不同部位龙胆苦苷的含量测定

江蔚新,沈志滨,王雪莲,李镜飞,江 淼*
(哈尔滨商业大学 制药工程系,黑龙江 哈尔滨 150076)

三花龙胆为龙胆科植物三花龙胆 *Gentiana triflora* Pall. 的干燥根及根茎。为常用药用龙胆的主流之一。龙胆味苦,性寒,入肝胃经,有泻肝火,除下焦湿热的功效。龙胆中均含有链环醚甙萜苷类苦味成分龙胆苦苷,药理研究表明,龙胆提取物有保肝、健胃、利胆、利尿及降压、抗炎、抗菌作用。近年由于大量采挖使得野生资源减少,为满足用药,进行了大量的人工栽培^[1]。龙胆在传统用药中一般只是用根,而大量的地上部分资源未被利用。为了更好地综合利用龙胆全草药材资源,我们对其地上部分有效成分龙胆苦苷的含量进行了研究。关于龙胆苦苷含量测定的方法,有薄层层析、紫外分光光度法、薄层色谱、光密度法、高效液相色谱法等^[2~4]。本研究利用高效液相法对三花龙胆不同部位龙胆苦苷的含量进行了测定。

1 材料

- 1.1 仪器: Waters 高效液相色谱仪(美国); Waters SPD-10A 紫外检测器; 色谱柱 (4.6 mm× 200 mm); 10^μ L进样器 (Switzerland)。
- 1.2 试药: 龙胆苦苷对照品(中国药品生物制品检定所); 三花龙胆(哈尔滨市郊区)经哈尔滨商业大学沈志滨副教授鉴定。甲醇(色谱纯), 无水乙醇、三氯甲烷、乙酸乙酯、蒸馏水、石油醚。

2 含量测定

- 2.1 色谱条件: 色谱柱: Hypersil C₁₈柱; 流动相: 甲醇-水 (35∶65); 柱温: 室温; 流速: 0.7 mL/min; 检测波长: 274 nm。
- 2.2 线性考察: 精密称取龙胆苦苷对照品 10.00, 5.00, 4.00, 0.40 mg, 加甲醇溶解, 分别定容于 25,

- 25, 250 mL容量瓶中, 摇匀, 用微孔滤膜过滤, 取 10^μ L进样, 以峰面积对浓度回归, 回归方程为 $Y = 5.45 \times 10^5 + 6.39 \times 10^6 X$, $r = 0.9998$, 表明在 0.16~4^μg 呈良好的线形关系。
- 2.3 精密度实验: 取同一样品液, 按前面所进行的含量测定法来进行操作, 反复进样 5次, 其峰面积的 RSD 为 0.36%。
- 2.4 稳定性实验: 取同一样品液, 在相同的色谱条件, 取 10^μ L, 每隔 20 min 进一次样, 峰面积的 RSD= 0.64%, 考察结果表明, 样品液在 100 min 内稳定性良好, 可在 100 min 内进行测定。
- 2.5 重复性测定: 取龙胆地上粉末约 0.5 g 共 5份, 按拟定的提取方法进行含量测定, 计算龙胆苦苷含量的平均值为 0.3917%, RSD= 1.31% ($n = 5$)。
- 2.6 加样回收率实验: 称取龙胆地上部分粉末药材约 0.5 g 共 5份, 依次分别加入对照后, 依照前述提取方法提取、测定, 平均回收率为 98.14%, RSD 为 1.11% ($n = 5$)。
- 2.7 样品的含量测定
- 2.7.1 样品的制备: 分根、茎、花、地上部分, 在 40℃~50℃干燥至恒重, 粉碎, 过 40目筛。分别称取根、茎、花、地上粉末药材 5.00 g, 用石油醚脱脂 3次, 药材晾干, 分别加入药材的 8倍量的甲醇, 于 50℃水浴锅中恒温加热 1~2 h, 过滤, 再重复 2次, 过滤, 合并 3次滤液, 离心取上清液, 减压回收甲醇, 转移到 10 mL容量瓶中用甲醇进行定容, 摇匀。
- 2.7.2 含量测定: 各吸取根、茎、花、地上 0.5 mL 的样品溶液, 茎、花、地上样品液分别定容于 10 mL 容量瓶中, 根样品液定容于 100 mL 容量瓶中, 微孔

* 收稿日期: 2002-07-22
基金项目: 黑龙江省自然科学基金资助项目 (C00-28); 黑龙江省教委骨干教师项目
作者简介: 江蔚新 (1957-), 男, 辽宁省辽中县人, 硕士, 哈尔滨商业大学制药工程系副教授, 主要研究方向为天然药物化学。

滤膜过滤,分别吸取 10 μ L进样,结果如表 1

3 讨论

采用高效液相色谱法测定龙胆不同部位中龙胆

表 1 龙胆苦苷的含量

Table 1 Content of gentiopicroside

部位	含量 %
根	6.992
地上	0.398
茎	0.160
花	0.132

苦苷含量方法样品处理简单、快捷、方便、精确、稳定。首次对龙胆不同部位含量进行了测定,为龙胆地上部分的应用提供了理论基础,在试验中发现,某一

时期地上部分有效成分有向地下输送的趋势,此现象正在研究中。

References

[1] Xu J, Peng H, Yang W L. Quantitative determination of gentiopicroside in Longdan Xiegan Pill (a preparation made from Chinese materia medica) by HPLC-photoelectric-diode matrix detector [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 30(5), 348-349.

[2] Sakamoto I. Application of high performance liquid chromatography and field desorption mass spectroscopy to serratative analysis of bitter secoiridoid glucosides of *Swertia Herba*. [J]. *Chem Pharm Bull*, 1983, 31: 25.

[3] Takion Y. Quantitative determination of bitter components in *Gentianaceous* plants [J]. *Planta Med*, 1980, 38: 334.

[4] Van der sluis W G. Secoiridoids and xanthones in the genus *Gentaurium*. [J]. *Planta Med*, 1981, 41: 225.

不同贮藏条件对地黄中梓醇含量的影响

李俊萍¹,周福军²,贾建伟¹,袁桂玉^{1*}

(1. 天津传染病医院,天津 300192; 2. 天津药物研究院,天津 300193)

地黄为玄参科植物地黄 *Rehmania glutinosa* (Gaertn.) Libosch. ex Fisch. et Mey. 的块根。临床上用药分鲜地黄、干地黄及熟地黄 3种,鲜地黄偏于寒,具有清热生津之功效,干地黄凉血止血,熟地黄则滋阴补血。鲜地黄与干、熟地黄功效不同,临床应用也各异,临床上经常应用鲜地黄,但贮藏很困难,对此我们采用几种方法进行比较,以地黄中所含有效成分之一梓醇作为指标,应用 HPLC法对不同贮藏条件后的地黄中梓醇含量进行了测定,结果砂埋方法优于其他几种贮藏方法^[1,2]。

1 实验材料

- 1.1 药材:鲜地黄,天津传染病医院提供,经鉴定为玄参科植物地黄 *R. glutinosa* (Gaertn.) Libosch. ex Fisch. et Mey. 的块根
- 1.2 仪器: HP1100液相色谱仪, HP1100色谱工作站, G1310泵, G1313A自动进样器, G1316A柱温箱, G1314A紫外检测器 色谱柱: 4.6 mm $\times$ 250 mm 不锈钢柱,填料为十八烷基硅烷键合硅胶(5 μ m)
- 1.3 试剂:乙腈为色谱纯,水为超纯净水
- 1.4 梓醇对照品:购自中国药品生物制品检定所,归一化法测定含量> 98%。

2 贮藏方法

(1) 砂埋:新采挖的地黄摊晾 3 d,表皮稍干,用较湿润的河砂埋藏,一层砂一层鲜地黄排放四层,堆高度 35 cm (2) 冷藏:鲜地黄洗净,理齐,每袋 1 kg 用聚乙烯薄膜袋封袋,放入冷藏柜内冷藏保存,冷藏温度 4 $^{\circ}$ C~ 8 $^{\circ}$ C。(3) 冷冻:鲜地黄洗净,理齐,每袋 1 kg 用聚乙烯薄膜袋封装,放入冷冻柜内冷冻保存,冷冻温度- 8 $^{\circ}$ C~ - 2 $^{\circ}$ C。

3 测定方法和结果^[3]

- 3.1 对照品的制备:精密称取梓醇对照品 6 mg,置 20 mL量瓶中,加 1%乙腈水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液(0.3 mg/mL)。
- 3.2 供试品的制备:将砂埋鲜地黄、冷藏鲜地黄和冷冻鲜地黄进行冷冻干燥,得到干品。再将各种地黄分别粉碎成细粉,过 80目筛。精密称各样品 0.5 mg,分别置 150 mL三角瓶中,加甲醇 100 mL,精密称定重量,超声提取 0.5 h 后,补足重量,滤过,取续滤液适量,以 0.45 μ m 微孔膜滤过,作为供试品溶液。
- 3.3 色谱条件:色谱柱: 4.6 mm $\times$ 250 mm 不锈钢柱;填料为十八烷基硅烷键合硅胶(5 μ m);流动相: 2%乙腈

(下转附 5页)

* 收稿日期: 2002-08-12
作者简介:李俊萍(1953-),女,天津市人,副主任药师,大专毕业,1969-03-1987-12在中国人民解放军第 285医院工作,1988-01至今在天津传染病医院药剂科工作,研究方向为传染病临床用药。