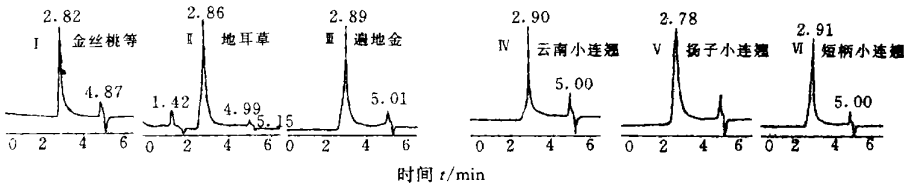


表 1 5 种植物中金丝桃素含量

Table 1 Hypericin in five plants of *Hypericum* L

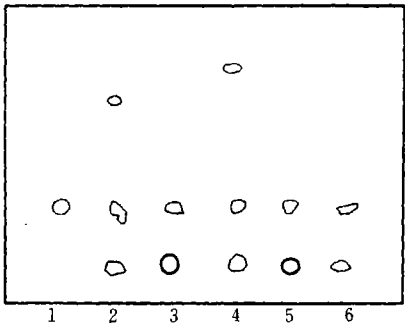
原植物	金丝桃素含量/(mg·100g ⁻¹)
云南小连翘	9.741
地耳草	6.250
短柄小连翘	9.265
扬子小连翘	4.465
遍地金	2.745



I- 金丝桃素标准品 II-地耳草 III-遍地金 IV-云南小连翘 V-扬子小连翘 VI-短柄小连翘
I-hypericin standard II-*H. japonicum* III-*H. wightianum* IV-*H. petiolulatum* subsp. *yunnanense*
V-*H. faberi* VI-*H. petiolulatum*

图 1 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC chromatogram



1- 标准品 2-云南小连翘 3-短柄小连翘
4-扬子小连翘 5-地耳草 6-遍地金
1-standard 2-*H. petiolulatum* subsp. *yunnanense*
3-*H. petiolulatum* 4-*H. faberi* 5-*H. japonicum*
6-*H. wightianum*

图 2 金丝桃素标准品与 5 种植物提取物的 TLC
Fig 2 TLC spectrum of five plants of *Hypericum* L

其配比作了系列比较。发现当流动相配比为甲醇 乙腈 乙酸= 50: 50: 0.5 时, 样品中金丝桃素与其他物质分离效果良好, 保留时间为 2.92 min(图 1-I)。

3.2 由于诸多客观因素的影响, 仅靠保留时间定性还不够可靠。为了准确鉴定未知峰, 先采用薄层分析法与标准品对照, 5 种植物提取物均出现与金丝桃素标准品 Rf 相同, 在 254 nm 紫外光下呈现红色荧光的斑点(图 2)。

3.3 金丝桃属植物中金丝桃素的分布主要是贯叶连翘 *H. perforatum*^[3]。国内有研究者发现地耳草、扬子小连翘中含有金丝桃素, 本研究首次发现遍地金、云南小连翘、短柄小连翘及生长于云南的地耳草和扬子小连翘中含有金丝桃素, 并测定了其含量。

References:

[1] Pan Y H, Guo B L. The outline of the studies on native *Hypericum* plants [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 1993, 16(3): 40-42.
[2] Pan Y H, Guo B L, Peng Y. The outlook of the resource and utilization on native *Hypericum* plants [J]. *J Chin Med Mater* (中草药), 1993, 16(3): 14-18.
[3] Information Center of Chinese Herbal Medicine. State Pharmaceutical Administration of China *Handbook of Active Constituents in Phytomedicine* (植物药有效成分手册), Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.

粉萆 和绵萆 中薯蓣皂苷元的含量测定

莫可丰*

(南宁市药品检验所, 广西 南宁 530001)

粉萆 和绵萆 均为《中华人民共和国药典》2000 年版收载品种^[1]。粉萆 为薯蓣科植物粉背薯蓣 *Dioscorea hypoglauca* Palibin 的干燥根茎, 具有利湿去浊, 祛风除痹之功效; 用于膏淋、白浊、白带过

多、风湿痹痛、关节不利、腰膝疼痛。绵萆 为薯蓣科植物绵萆 *D. septemloba* Thunb. 的干燥根茎, 具有利湿去浊, 祛风通痹之功效, 用于淋病白浊、白带过多、湿热疮痛、腰膝痹痛。二者均为秋冬两季采

* 收稿日期: 2002-07-24
作者简介: 莫可丰(1963-), 女, 广西南宁市人, 副主任药师, 1983 年毕业于广西中医学院药学系中药专业, 主要从事药品检验分析工作, 研究方向为药品质量标准及制定。Tel: (0771) 3132340

挖, 除去须根, 洗净, 切片, 晒干。

1 仪器与试药

LG-10A t p 高效液相色谱仪(日本岛津公司) 薯蓣皂苷元(中国药品生物制品检定所, 批号 200001); 粉萆 和绵萆 均由广西中医药研究所赖茂祥副研究员鉴定后提供。甲醇、乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择: 薯蓣皂苷元的甲醇溶液与样品溶液在 210 nm 处均有最大吸收, 空白液无干扰, 故选择 210 nm 为检测波长。

2.2 色谱条件: 色谱柱选用 Inertsil DOS-3 柱(4.6 mm×250 mm); 流动相: 甲醇-乙腈-水(80:10:10); 检测波长: 210 nm; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μ L; 柱温: 室温。

2.3 标准曲线的制备: 精密称取经 80 $^{\circ}$ C 干燥至恒重的薯蓣皂苷元约 50 mg, 加甲醇定容至 100 mL, 再分别吸取 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL, 置 10 mL 容量瓶中用甲醇稀释至刻度, 然后分别吸取各 20 μ L 注入高效液相色谱仪, 以浓度为横坐标, 峰面积值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为 $Y = 412415X - 52997$, $r = 0.9993$, 薯蓣皂苷元在 2.14~10.7 μ g 线性关系良好。

2.4 精密度试验: 取供试品溶液按上述条件连续进样 6 次, $RSD = 1.21\%$, 结果表明方法精密度良好。

2.5 稳定性试验: 取供试品溶液按上述条件分别在 0, 1, 2, 4, 8, 12, 24 h 内进样, $RSD = 1.27\%$ 。表明供试品在 24 h 内基本稳定。

2.6 重现性试验: 取同一批样品, 按供试品溶液制备方法制备 5 份样品, 分别进样测定, 计算得到 $RSD = 1.02\%$ 。

2.7 回收率试验: 称取已知含量的粉萆 和绵萆 各 3 份, 分别精密加入薯蓣皂苷元, 按供试品溶液制备方法制备, 再按含量测定方法测定, 平均回收率分别为粉萆 99.11% ($RSD = 0.86\%$); 绵萆 99.31% ($RSD = 1.14\%$)。

2.8 样品测定: 取粉萆 2.5 g, 绵萆 10.0 g, 精密称定, 加入 2 mol/L 的盐酸 50 mL 加热回流 3 h 使其水解, 冷却过滤, 药渣用水洗至中性。置 80 $^{\circ}$ C 干燥。干燥索氏提取器中, 用石油醚(60 $^{\circ}$ C~90 $^{\circ}$ C) 30 mL 水浴加热回流 4 h, 将石油醚挥干后, 加甲醇于残渣中并定量转移到 50.0 mL 容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 用 0.45 μ m 微滤膜过滤, 作为供试品溶液。分别吸取供试品溶液与对照品溶液各 20 μ L 进样, 结果粉萆 和绵萆 中薯蓣皂苷元含量分别为 16.06 和 1.93 mg/g。色谱图见图 1。

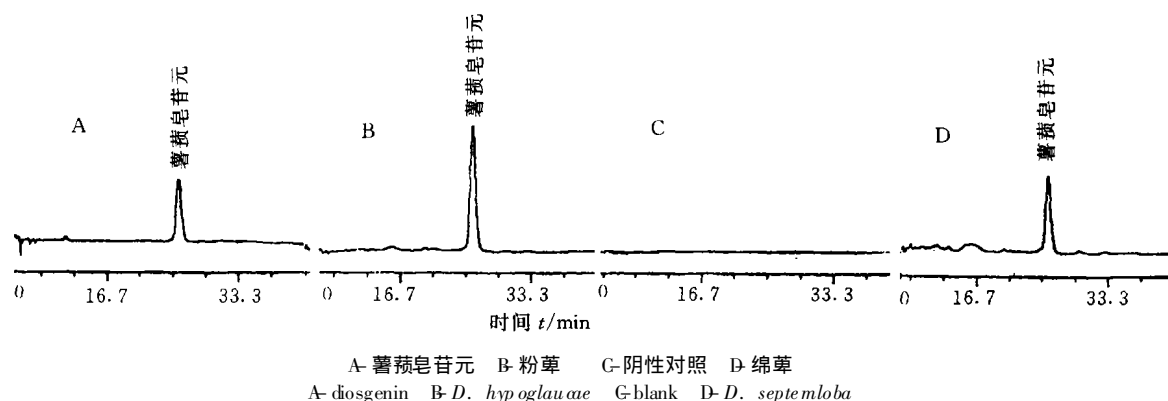


图 1 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC chromatograms

3 讨论

近年来对粉萆 和绵萆 中薯蓣皂苷元含量测定的研究较少, 有利用反相高效液相色谱法^[2], 但分离效果不理想, 药典中又无含量测定标准。从本实验结果可见, 粉萆 和绵萆 中薯蓣皂苷元的含量差别很大, 而民间有代用的习惯, 所以制定其含量标准是

很有意义的。本方法方便、简单、准确, 可用于该品种的质量控制。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I.
- [2] Da S L, Tang X Y, Da H N, et al. Determination of diosgenin in *Dioscorea zingiberensis* by using reversed phase highperformance liquid chromatography [J]. *Chin J Chromatogr* (色谱), 1992, 10(2): 98-100.