

无色透明。

3.3 钛含量的差异: 本试验所用的样品来自几个不同的地方, 外观有差异, 钛含量也相差较大。4 个样品中除了广东省中医院的无结籽外, 其他 3 个样品都有结籽, 但广东省中医院的白花蛇舌草并没有因为无结籽而钛含量偏低, 可见, 钛的含量与有无结籽无关。含量差异可能与物种差异、产地气候、地理环境有关。

References:

[1] Jiangsu New Medical College. Dictionary of Chinese Materia

Medica (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1977.

- [2] Lu P, Dai Q H. Summarization on the chemical constituents of *Olednlandia diffusa* Willd [J]. *J Beijing Univ Technol* (北京工业大学学报), 2000, 26(3): 68-72.
- [3] Lu W B. Quantitative determination of olearolic acid in *Oldenlandia diffusa* Willd by TCL-scanning [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2001, 12(11): 961-962.
- [4] Lü H C, He J. Study on the chemical constituents of *Oldenlandia diffusa* Willd [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 1996, 18(1): 34-37.
- [5] Zhou J B. Analysis on the trace selenium of *Oldenlandia diffusa* Willd [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1990, 15(12): 36.

HPLC 测定几种杏仁中苦杏仁苷的含量

甄 攀*

(张家口医学院, 河北 张家口 075029)

杏仁为蔷薇科植物杏 *Prunus armeniaca* L. 或山杏 *P. armeniaca* L. var. *ansu* Maxim. 的干燥种子, 具有祛痰止咳、平喘、润肠等功效。主治外感咳嗽、喘满、喉痹、肠燥便秘等疾病。苦杏仁苷为其主要活性成分。苦杏仁苷遇水在苦杏仁苷酶作用下易酶解或在酸性条件下会分解成氢氰酸和苯甲醛。氢氰酸具有抑制中枢神经系统的作用, 过量时会出现中毒现象。因此, 了解不同品种、不同产地的杏仁中苦杏仁苷的含量具有一定意义。

1 仪器与试药

Agilent 1100 Series 高效液相色谱仪, HP HPLC (3D) 化学工作站。苦杏仁苷对照品由中国药品生物制品检定所提供。苦杏仁购于张家口医学院中医门诊部, 其他样品作者收集。甲醇为色谱纯试剂, 其他试剂均为分析纯试剂, 水为二次蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: YWG-C₁₈ (10 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm), 流动相为水-甲醇-乙腈(70 25 5); 流速为 0.6 mL/min, 柱温为 30 $^{\circ}$ C, 检测波长为 225 nm。

2.2 色谱系统适用性: 在以上色谱条件下检测, 苦杏仁苷色谱峰的保留时间为 9.155 min。以苦杏仁苷峰计算理论塔板数为 8 916 片/m, 拖尾因子为 1.04, 与其前一组份的分离度为 1.30。

2.3 工作曲线的制备: 精密称取苦杏仁苷对照品

1.64 mg, 用甲醇溶解并稀释至 2.0 mL, 得 0.82 mg/mL 的对照品溶液。准确进样 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15 μ L。以峰面积 Y 对进样量 X 作图, 得工作曲线, 回归方程为 $Y = 299.9X - 50.01$, $r = 0.9989$, 在 0.41 ~ 12.30 μ g 成良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 用苦杏仁苷对照品溶液于一日内重复进样 10 次, 每次进样 10 μ L, 记录峰面积, 计算日内精密度。用同一份溶液, 在相同的条件下连续 6 d 进样, 每日进样 5 次, 每次进样 10 μ L, 记录峰面积, 计算日间精密度。日内和日间 RSD 分别为 1.48% 和 1.80%。

2.5 重现性试验: 称取蔚县产离核杏仁 5 份, 按上述方法提取和测定。每份进样 5 次, 每次进样 10 μ L。苦杏仁苷的峰面积的 RSD 为 1.22%。

2.6 稳定性试验: 利用同一份蔚县产离核杏仁提取液于 0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 24, 48 h 测定, 每次进样 10 μ L, 苦杏仁苷峰面积的 RSD 为 0.92%。说明杏仁提取液在 48 h 内稳定。

2.7 检测限和回收率: 检测限: 用苦杏仁苷对照品溶液逐渐稀释后进样。用峰高相当于 3 倍噪音标准差时对照品的浓度表示。经测定, 最低检测限为 1.25 μ g/mL。

回收率: 向已知苦杏仁苷含量的样品中加入苦杏仁苷对照品, 按上述方法提取和测定, 计算得平均

* 收稿日期: 2003-03-18

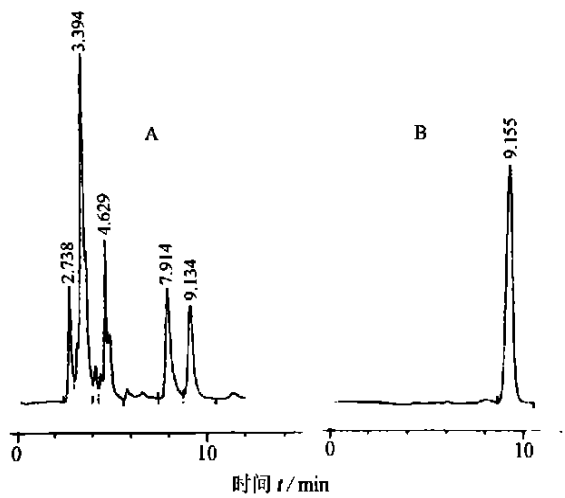
作者简介: 甄 攀(1965-), 女, 河北曲阳人, 副教授, 硕士, 1988 年毕业于河北大学化学系, 2000 年取得硕士学位, 主要从事天然药物活性成分研究。 Tel: (0313) 8041654

回收率 99.7% , RSD= 3.4% (*n*= 4)。

2.8 样品分析: 称取各种干燥的杏仁适量, 精密称定, 粉碎, 分别用甲醇浸泡 0.5 h, 用索氏提取器提取 2.5 h, 滤过, 定容至 100 mL, 用微孔滤膜滤过, 进样分析, 每次进样 10 μ L。杏仁及苦杏仁苷对照品的色谱图见图 1。各种杏仁中苦杏仁苷的含量见表 1。

3 讨论

3.1 离核杏仁较黏核杏仁苦杏仁苷含量高, 且差异显著 (经 *t* 检验, *P*< 0.01)。涿鹿县和蔚县产的两种杏仁都验证了这一结论; 不同产地的同种杏仁, 苦杏仁苷的含量也不同。涿鹿县产的苦杏仁苷含量高于蔚县产的 (*P*< 0.01); 本实验所用样品中, 离核杏仁



A-杏仁 B-苦杏仁苷对照品
A-*Amarum* B-amygdalin reference substance

图 1 杏仁及苦杏仁苷对照品色谱图

Fig.1 Chromatograms of *Semen Armeniacae Amarum* and amygdalin reference substance

表 1 各种杏仁中苦杏仁苷的含量(*n*= 4)

Table 1 Content of amygdalin in variety of *Semen Armeniacae Amarum* (*n*= 4)

样品	产地	苦杏仁苷/%	RSD/%
大杏仁	涿鹿县	0.317	1.40
离核杏仁	涿鹿县	3.140	0.87
黏核杏仁	涿鹿县	0.260	1.40
离核杏仁	蔚县	2.870	0.95
黏核杏仁	蔚县	0.249	1.50
苦杏仁	—	1.520	1.30

苦杏仁苷的含量高于苦杏仁。建议用离核杏仁入药。

3.2 色谱图显示, 不同产地不同品种的杏仁中所含化学成分不尽相同。

3.3 在实验过程中, 曾按照文献^[1~3], 用各种比例的甲醇-水作流动相, 系统的稳定性太差, 无法检测; 用各种比例的乙腈-水作流动相, 稳定性仍然很差。改用水-甲醇-乙腈 (70 25 5) 作流动相后, 稳定性得到了明显的改善, 且灵敏度也有所提高, 苦杏仁苷色谱峰达到了基线分离。

致谢: 本文得到张家口医学院实验中心张动、王德宝、贾天军、白雪梅老师帮助。

References:

[1] Ma C. Assay of amygdalin in *Prunus armeniaca* L. var. *ansu* Maxim [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学), 2000, 6(2): 16.

[2] Deng Y, Zhang Y P. Extraction and determination of amygdalin in *Prunus armeniaca* L. produced in Zhenyuan, Gansu Province [J]. *Gansu J Tradit Chin Med* (甘肃中医), 2000, 13(1): 51.

[3] Li Q Y, Hong X K, Wang Z H, et al. Content determination of amygdalin in Runing Granules by HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1998, 20(9): 12.

References:

[1] Zhang Z N. *Dignose and Remedy Criterion of Hematology* (血液病诊断及疗效标准) [M]. Beijing: Science Press, 1998.

[2] Zhang S Y. The clinical remedy development of scorpion [J]. *J New Chin Med* (新中医), 1991, 6: 45.

[3] Kong T H. The researching development of scorpion and scorpion venom's antineoplasia [J]. *J Henan Cancer* (河南肿瘤杂志), 1994, 7(3): 244.

[4] Yang W H. The clinical observation of Fuzhengjiedufang that reducing toxin function to chemical of AL patient [J]. *J Tradit Chin Med* (中医杂志), 2000, 41(10): 611.

[5] Wang Z Z. Programmed cell death of HL-60 induced by scorpion [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med* (中药药理与临床), 1999, 15(1): 20.

[6] Dun J D. *Clinical Hematology* (临床血液学) [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publisher, 2000.

(上接第 1126 页)

治疗后, 两者的疗效也是基本相同的。说明全蝎解毒液的作用不仅仅是减毒增效, 而且具有确切的抗白血病功效。复发一直是白血病治疗的难点和重点, 本组 9 例复发患者经全蝎解毒液治疗后均获得缓解, 为白血病复发的治疗提供了新的途径。

4.4 全蝎及含全蝎的制剂治疗急性白血病已经显示出良好的前景, 相关的报道逐渐增多, 但由于全蝎所含成分复杂, 有效作用部位及作用机制尚不十分清楚, 临床观察规模也较小, 如何与现行的化疗药物配合使用并筛选出最佳治疗方案, 还有待今后进一步研究与探讨。