

2.7.6 回收率测定: 分别取含量已知的维肝福泰片细粉 5 份, 每份约 0.2 g (含五味子甲素和五味子乙素分别约为 24, 56 μg), 精密称定, 分别加入五味子甲素、五味子乙素对照品溶液, 使与 0.2 g 样品所含五味子甲素和五味子乙素的量相当, 依法制备供试品溶液, 进样测定。结果五味子甲素平均回收率为 99.39%, RSD 为 0.53%, 五味子乙素平均回收率为 98.01%, RSD 为 1.5% ($n=5$)。

2.8 样品测定: 取五味子细粉 3 份, 每份约 0.2 g, 精密称定, 依法制备供试品溶液, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 按外标法计算含量, 结果五味子药材中含五味子甲素和五味子乙素分别为 5.51 mg/g 和 4.48 mg/g ($n=3$)。

取维肝福泰片 3 份, 每份约 0.4 g, 精密称定, 依法制备供试品溶液, 注入液相色谱仪, 按外标法计算含量, 结果维肝福泰片含五味子甲素和五味子乙素分别为 120.3 $\mu\text{g/g}$ 和 284.9 $\mu\text{g/g}$ ($n=3$)。

3 讨论

3.1 五味子甲素和五味子乙素均为五味子中所含的有效成分, 本实验建立了同时测定药材和制剂中五味子甲素和五味子乙素含量的方法, 对控制五味

子药材和含五味子制剂的内在质量具有重要意义。

3.2 流动相曾选用文献报道^[1]的甲醇-四氢呋喃-水(76:4:20)系统, 发现五味子药材和维肝福泰片在该流动相系统下五味子甲素和五味子乙素的峰与其他峰不能完全分开。改变上述流动相比例后, 维肝福泰片样品中五味子甲素仍与前后其他峰不能完全分离。改用乙腈-甲醇-水不同比例后, 效果仍不理想。最后经过多次比例试验, 选择乙腈-水(70:30)时, 五味子药材和维肝福泰片中五味子甲素和五味子乙素与其他峰能完全分离, 当加入 0.1% 冰醋酸时峰形能得到明显改善。

3.3 据文献报道^[2], 五味子甲素、五味子乙素的最大吸收波长在 254 nm, 本实验选用 254 nm 吸收波长为测定波长, 可排除干扰, 且灵敏度能达到定量测定要求。

References

- [1] Liu F Q, He C S, Li Z M, et al. Determination of doxyschizandrin and schisandrin B in Ganfukang-II Pill by RP-HPLC [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2000, 25(3): 157-159.
- [2] Tan S J, Xu X L, Yang C Y, et al. Study on method for measurement of doxyschizandrin and schisandrin B concentration in Ganfukang Wan [J]. *Pharm J Chin PLA* (解放军药学报), 2000, 16(5): 270-272.

三花龙胆和东北龙胆中龙胆苦苷的积累规律研究

江蔚新, 沈志滨, 薛宝玉*

(哈尔滨商业大学药学院, 黑龙江 哈尔滨 150076)

三花龙胆 *Gentiana triflora* Pall、东北龙胆 *G. manshurica* Kitag 属龙胆科, 为“泻肝火、清湿热、健胃”的常用中药, 其主要活性成分为龙胆苦苷。本实验通过对龙胆地上器官和地下器官中不同部位、不同采收期的龙胆苦苷的含量测定, 探讨龙胆中有效成分积累的规律, 同时对评价龙胆的质量和生产中最佳采收期的确定具有一定的指导意义。

1 仪器与材料

Waters 高效液相色谱仪(美国), Waters SPD—10A 紫外检测器, 10 μL 进样器(瑞典); R 201 旋转薄膜蒸发器(上海申胜生物技术有限公司); 龙胆苦苷对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 0770-200004); 三花龙胆和东北龙胆采自哈尔滨市

郊区, 经哈尔滨商业大学药学院沈志滨副教授鉴定; 甲醇(色谱纯)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 精密称取龙胆苦苷 12.50 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

2.2 供试品溶液的制备: 分别称取三花龙胆和东北龙胆的根、茎、叶、花药材粉末(60 目, 干燥箱中干燥 2 h)约 0.4 g, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 准确加入甲醇 10 mL, 密封, 室温条件下超声提取 40 min, 取出, 滤过, 滤液置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 低温、避光保存备用。

2.3 色谱条件: 色谱柱: Hypersil C₁₈ 柱(200 mm \times

* 收稿日期: 2003-08-18

基金项目: 黑龙江省自然科学基金资助项目(C00-28); 黑龙江省教育厅骨干教师项目(黑 2003-812)

作者简介: 江蔚新(1957—), 男, 硕士, 哈尔滨商业大学药学院副教授, 研究方向为天然药物化学。

4. 6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(35 : 65); 柱温: 室温; 流速: 0. 7 mL /m in; 检测波长: 271 nm。

2. 4 线性关系考察: 分别吸取龙胆苦苷对照品溶液(1. 25 mg/mL) 2, 4, 6, 8, 10 μL 注入液相色谱仪, 测定, 以龙胆苦苷的质量为横坐标, 峰面积值为纵坐标作图, 得到一条直线。该直线方程为 $Y = 1. 38 \times 10^6 X + 6. 9 \times 10^4$, $r = 0. 999 4$ 。结果表明, 龙胆苦苷在 2. 5~ 12. 5 μg 与峰面积线性关系良好。

2. 5 精密度试验: 取龙胆苦苷同一浓度对照品溶液, 连续进样 5 次, 测定龙胆苦苷峰面积, 求得 RSD 为 1. 26% (n = 5)。

2. 6 稳定性试验: 精密称取三花龙胆根供试品溶液一份, 每隔 20 m in 进样测定一次, 结果 100 m in 内溶液稳定^[2], 龙胆苦苷峰面积 RSD 为 1. 16%。

2. 7 回收率试验^[3]: 精密称取已知含量的三花龙胆地上部分粉末 0. 50 g, 共 5 份, 制备供试品溶液, 加入一定量龙胆苦苷对照品, 测定含量, 结果平均回收率为 97. 16%, RSD 为 1. 29% (n = 5)。

2. 8 样品测定^[4]: 分别吸取不同月份的三花龙胆根的提取液 1 mL 于 10 mL 量瓶内, 加甲醇至刻度, 茎、叶、花保持原浓度, 0. 5 μm 膜滤过, 进样测定, 结果见表 1。东北龙胆同法操作, 结果见表 2。

表 1 不同部位、不同采收期的三花龙胆中龙胆苦苷的含量 (n = 5) %

Table 1 Gentiopicroside in different parts of *G. triflora* at different periods (n = 5) %

采收期	根		茎		叶		花	
	含量	RSD	含量	RSD	含量	RSD	含量	RSD
4 月	17. 34	0. 90	1. 06	0. 85	0. 87	0. 86		
5 月	11. 38	0. 86	1. 51	0. 90	1. 08	0. 78		
6 月	10. 90	0. 67	1. 81	0. 78	1. 26	0. 82		
7 月	13. 19	0. 73	2. 51	0. 87	1. 76	0. 85	1. 15	0. 76
8 月	9. 45	0. 81	3. 60	0. 91	2. 23	0. 72	0. 92	0. 83
9 月	11. 40	0. 75	4. 01	0. 75	1. 90	0. 69	1. 03	0. 91

3 结论

三花龙胆中龙胆苦苷积累规律: 7 月以前根、

表 2 不同部位、不同采收期的东北龙胆中龙胆苦苷的含量 (n = 5) %

Table 2 Gentiopicroside in different parts of *G. munshuiua* at different periods (n = 5) %

采收期	根		茎		叶		花	
	含量	RSD	含量	RSD	含量	RSD	含量	RSD
8 月 10 日	6. 09	0. 91	0. 91	0. 89	0. 14	0. 87		
8 月 28 日	6. 92	0. 86	0. 36	0. 92	0. 34	0. 64	0. 34	0. 85
9 月 8 日	7. 89	0. 65	0. 18	0. 91	0. 23	0. 78	0. 23	0. 90
9 月 18 日	8. 75	0. 74	0. 50	0. 74	0. 22	0. 80	0. 17	0. 91
10 月 15 日	8. 70	0. 84						
10 月 28 日	10. 29	0. 72						
11 月 7 日	9. 12	0. 92						

茎、叶中龙胆苦苷的含量逐渐上升; 在 7 月—8 月, 根中龙胆苦苷的含量逐渐降低, 茎、叶、花中龙胆苦苷的含量升高; 8 月—9 月, 叶、花中龙胆苦苷的含量逐渐降低, 根、茎中龙胆苦苷的含量逐渐升高; 东北龙胆中龙胆苦苷积累规律为: 8 月以后, 根中龙胆苦苷的含量上升; 8 月—9 月, 茎中龙胆苦苷含量降低时, 叶中含量升高; 茎中龙胆苦苷含量升高时, 叶和花中龙胆苦苷含量降低; 8 月—9 月, 三花龙胆叶中有效成分含量下降, 东北龙胆叶中有效成分含量上升; 其余器官成分积累趋势一致; 以上变化可能与生长期和花期有关: 生长期时有效成分的含量逐渐升高, 花期时有效成分向上输送, 花期后有效成分向下输送。

References:

[1] Xu J, Peng H, Yang W L. Quantitative detem ination of gentiopicroside in Longdan Xiegan Pill (a preparation made from Chinese crude drugs) 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 see- relative analysis of bitter secoiridoid glucosides of *Swertia herba* [J]. *Chem Pharm Bull*, 1983, 31: 25-26.

[3] Takion Y. Quantitative detem ination 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.

多种密度、浓度计 总有一款适合您

我厂专业生产多种型号的溶液密度计、电导率仪和溶液浓度计, 可广泛地适用于工业、医药生产过程中, 包括酒精、中药提取液在内的多种溶液的密度或浓度的自动在线检测。还有供室内使用的台式密度计(特别推荐)。

上海浦东新区三海智能仪表厂

厂址: 上海张江高科技园区 电话: (021) 58377810

网址: www. sanhai. com 3721 网络实名: 密度计、溶液浓度计