

含量, 结果见表 1, 色谱图见图 1。结果显示, 虎杖不同炮制品中白藜芦醇苷的含量与生品相比依次为: 生品> 盐炙品> 醋炙品> 酒炙品, 不同炮制品中白藜芦醇苷的含量均有降低。原因可能是炮制后白藜芦醇苷的生物活性受到破坏而发生变化, 提示不同炮制方法对虎杖中白藜芦醇苷的含量有一定影响, 这对阐述虎杖的炮制理论有一定意义。

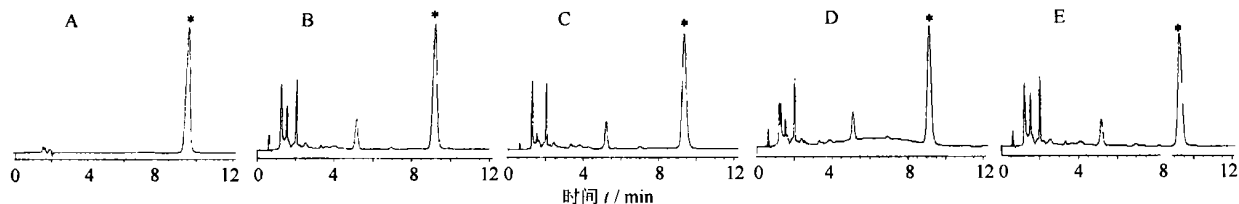


图 1 白藜芦醇苷对照品(A)和虎杖生品(B)、盐炙品(C)、醋炙品(D)及酒炙品(E)的 HPLC 图谱

Fig 1 HPLC chromatograms of piceid (A), crude drug (B), sample fried with salt (C), sample fried with vinegar (D), and sample fried with wine (E)

4 讨论

4.1 传统认为食盐性寒, 有清热凉血、软坚散结的作用, 虎杖经盐炙后可引药下行, 提高疗效。酒性热, 可缓和虎杖苦寒之性, 并有活血通络、行药效之功, 虎杖经酒炙酒力有助于其活性成分在血脉中运行之速度, 增强其散瘀定痛的功效。醋有活血化瘀, 引药归经之功, 可协同药物发挥作用。

4.2 虎杖为常用的中药, 其主要成分为大黄素和白藜芦醇苷, 前者具有抗病毒、抗炎、抗菌、平喘及降压等作用, 后者有调血脂、抗血栓、强心及保肝等作用。虎杖经酒炙、醋炙、盐炙后并不影响大黄素含量, 且以炮制品含量为高^[3], 但白藜芦醇苷含量以生品为

表 1 不同虎杖炮制品中白藜芦醇苷的测定结果 (n= 3)

Table 1 Determination of piceid in different processed products of *P. cuspidatum* (n= 3)

样 品	白藜芦醇苷/%	RSD/%
生 品	1.549	1.34
盐炙品	1.114	1.79
醋炙品	1.018	1.95
酒炙品	0.993	1.98

高。不同虎杖炮制品是否对药效产生影响有待进一步研究。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed Vol I.
- [2] Jiang H Y, Cai S F, Pan Y. Experimental study on rhizoma of differently-processed *Polygonum cuspidatum* products [J]. *Chin Arch Tradit Chin Med* (中医药学刊), 2002, 20(8): 426-427.
- [3] Jiang H Y, Zhu H, Hang H X, et al. Effect of processing on piceid and emodin in *Polygonum cuspidatum* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2003, 34(6): 413-415.
- [4] Zhou J J, Zhang H J, Yang P J, et al. Determination of resveratrol glucoside and resveratrol in radix and rhizome of *Polygonum cuspidatum* yielded in Hanzhong region [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2002, 33(5): 414-416.

RP-HPLC 法测定白柳皮提取物中水杨苷的含量

惠玉虎, 王让成*

(西安皓天生物工程技术有限责任公司, 陕西 西安 710075)

白柳皮提取物是杨柳科植物白柳 *Salix alba* L. 的树皮经提取后喷雾干燥而成, 主要含有水杨苷等成分^[1]。水杨苷具有解热、镇痛等功效, 用于退热和治疗关节炎等疾病。水杨苷的测定方法有薄层色谱法、电泳法、电化学法、紫外光谱法, 但这些方法操作繁琐。高效液相色谱法亦有报道, 采用缓冲盐为流动相^[2]。本实验对白柳皮提取物中水杨苷含量的

HPLC 测定方法进行了改进, 建立了白柳皮提取物中水杨苷含量的 RP-HPLC 测定方法。该方法不需要在流动相中添加缓冲盐就能达到很好的分离。

1 仪器与试剂

Waters515 型高效液相色谱仪, Waters2487 型紫外检测器(美国 Waters 公司), GS2010 型色谱数据工作站(北京精瑞计算机技术公司), KQ—250 型

超声波清洗器(江苏昆山超声仪器厂)。

水杨苷对照品(含量 99%, 美国 Sigma 公司提供), 白柳皮提取物(西安皓天生物工程技术有限责任公司生产), 乙腈为分析纯, 水为二次重蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Inertsil ODS-3 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (5 : 95); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 269 nm; 灵敏度: 0.01 AUFS; 柱温: 25℃。在上述色谱条件下, 水杨苷与杂质完全分离, 水杨苷保留时间为 12 min (图 1)。

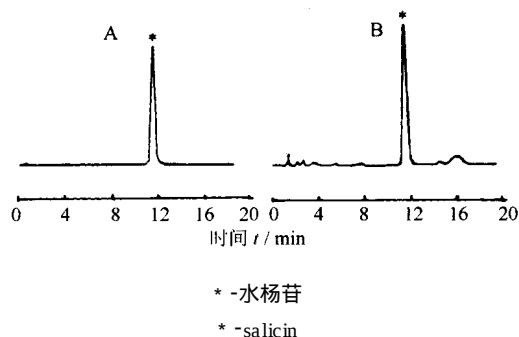


图 1 水杨苷对照品(A)和白柳皮提取物(B)的HPLC图谱

Fig 1 HPLC chromatograms of salicin reference

substance (A) and bark extract of *S. alba* (B)

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取水杨苷对照品约 5 mg 于 25 mL 量瓶中, 加水溶解并加至刻度, 即得对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 精密称取白柳皮提取物样品约 60 mg 于 50 mL 量瓶中, 加水约 40 mL, 超声振荡 30 min 后, 静置至室温, 加水至刻度。用 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得供试品溶液。

2.4 回归曲线及线性范围: 称取水杨苷对照品, 加水配制成 0.20 mg/mL 的对照品储备液。精密吸取该储备液, 依次配制成 0.04, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 mg/mL。分别吸取 10 μL 按上述色谱条件进行测定, 以峰面积为纵坐标, 水杨苷浓度为横坐标, 绘制标准曲线。水杨苷在 0.04~0.4 mg/mL 具有良好线性关系, 线性回归方程为 $Y = 1.6985X - 1.3043$, $r = 0.9995$ 。

2.5 精密度试验: 精密吸取水杨苷对照品溶液分别连续进样 5 次, 每次进样 10 μL, 测定峰面积, 计算得其 RSD 为 0.25% ($n = 5$)。

2.6 重现性试验: 精密称取同一批号白柳皮提取物

样品适量, 制备供试品溶液, 进样, 测定 5 份, 结果水杨苷平均含量为 15.22%, RSD 为 0.24%。

2.7 稳定性试验: 精密吸取白柳皮提取物供试品溶液, 每隔 1 h 进样测定 1 次, 进样量 10 μL, 测定峰面积, 结果水杨苷峰面积 RSD 为 0.36% ($n = 9$)。结果表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

2.8 回收率试验: 精密称取水杨苷含量为 15.30% 的白柳皮提取物样品, 分别精密加入水杨苷对照品 0.15, 0.25, 0.35, 0.45, 0.55 mg, 制备供试品溶液, 进样, 测定, 结果水杨苷平均回收率为 99.29%, RSD 为 0.42% ($n = 5$)。

2.9 样品测定: 精密称取白柳皮提取物样品 10 批, 制备供试品溶液, 进样, 测定, 结果见表 1。

表 1 白柳皮提取物中水杨苷的含量测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Salicin in bark extract of *S. alba* ($n = 3$)

批 号	水杨苷含量/%	RSD/%
020418	15.32	0.72
020409	15.18	0.56
020412	15.21	0.34
020518	15.34	0.55
020520	15.30	0.58
020305	15.10	0.12
030306	15.25	0.60
030307	15.16	0.19
030308	15.30	0.20
030310	15.10	0.30

3 讨论

3.1 检测波长的选择: 经紫外扫描, 水杨苷对照品溶液在 190~700 nm 波长中最大吸收波长为 269 nm, 故选择 269 nm 作为检测波长。

3.2 流动相比比例的确定: 在上述色谱条件下, 本实验分别选择了不同流动相比比例的甲醇-水、乙腈-水进行试验。结果证明流动相选择乙腈-水 (5 : 95), 水杨苷与杂质分离效果最好。

3.3 该方法灵敏、准确可靠, 可以作为白柳皮提取物中水杨苷含量测定方法。

References

- [1] Editorial Board of China Herbal, State Administration of Traditional Chinese Medicine, China *China Herbal* (中华本草) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1999.
- [2] Li L S, Huang W D, He Q, et al. Determination of salicin in willow bark extract by HPLC [J]. *Chin J Chromatogr* (色谱), 2001, 19(5): 446-447.