

### 3 讨论

从测定结果看,4 种产地的翻白草的样品均含有槲皮素,因地域不同,含量各异。4 种翻白草中槲皮素质量分数在 69.5~105.72 μg/g,平均质量分数 85.487 5 μg/g,说明翻白草植株各部分均含黄酮类化合物槲皮素。黄酮类化合物中的槲皮素有抑制非酶糖化作用<sup>[2]</sup>,并通过抑制蛋白糖化来抑制醛糖还原酶活性,有降血糖作用。本实验测定出翻白草中

黄酮类化合物槲皮素含量,为进一步研究翻白草可能的降糖作用提供了科学依据。

### References:

- [1] Yang J, Qing J H. Identify and research on *Potentilla discolor* Bunge [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药) 1998, 9(5): 436.
- [2] Chen Y, Zhang Q. Recent situation for pharmacology research on five-hydroxyly yellow keton [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29(8): 569-570.

## RP-HPLC 法测定地骨皮中香草酸的含量

李 康,陈晓辉,毕开顺

(沈阳药科大学药学院,辽宁 沈阳 110016)

地骨皮为茄科植物枸杞 *Lycium chinese* Mill. 或宁夏枸杞 *L. barbarum* L. 的干燥根皮。气微、味微甘而后苦,具有凉血除蒸、清肺降火的功效,主治阴虚潮热、骨蒸盗汗、肺热咳嗽、咯血、衄血、内热消渴等<sup>[1]</sup>。但关于地骨皮药材中成分的分离与测定的报道不多。本实验用 RP-HPLC 法首次分离并测定了不同产地地骨皮药材中香草酸的含量,方法简便快速、灵敏准确,为该药材的质量评价提供参考依据。

### 1 仪器与试剂

2010A 型高效液相色谱仪 (Shimadzu), Class-VP 色谱数据处理系统。

地骨皮药材购于各地药店,均由沈阳药科大学孙启时教授鉴定。

香草酸对照品(中国药品生物制品检定所),色谱乙腈(天津四友公司),水(二次蒸馏水),冰醋酸(分析纯),色谱甲醇(天津康科德科技有限公司),95%乙醇(沈阳卫龙商贸有限公司),分析甲醇(天津康科德科技有限公司)。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: Diamonsil C<sub>18</sub> 色谱柱(200 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-1%冰醋酸水溶液(10:90, pH=3); 体积流量为 0.8 mL/min, 柱温为 30 °C。检测波长为 260 nm。香草酸在此条件下有较好分离, 色谱行为见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取香草酸 6.1 mg, 甲醇溶解于 10 mL 量瓶中, 吸取 2.0 mL 于 100 mL

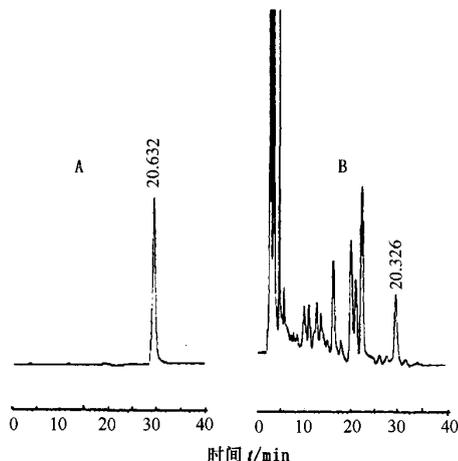


图 1 对照品(A)和样品(B)HPLC 色谱图  
Fig. 1 HPLC chromatogram of reference substance (A) and sample (B)

量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配制成 12.2 μg/mL 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:精密称取各地药材约 1 g,用甲醇 100 mL 索氏提取 30 min,减压回收溶剂,残渣用甲醇溶解至 10 mL 量瓶中,稀释至刻度,即得。各产地均做一平行样。

2.4 标准曲线的制备:分别精密吸取对照品溶液 0.10、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL,置 5 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,进样 10 μL,测定峰面积。以峰面积平均值为纵坐标,其对应进样质量浓度为横坐标,进行回归计算,得线性方程为

$Y=28\ 677 X+10\ 663, r=0.999\ 8$ 。香草酸在 0.244~12.20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 线性关系良好。

2.5 精密度试验:精密吸取对照品溶液(4.88  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )10  $\mu\text{L}$ , 进样, 连续测定 6 次, 求得峰面积值的 RSD 为 1.5%, 结果表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验:精密吸取对照品溶液 10  $\mu\text{L}$ , 进样, 分别于 1、2、3、5、8、12、24、36、72 h 重复上述操作, 计算峰面积值的 RSD 为 0.7%, 结果表明对照品溶液在 3 d 内基本稳定。

2.7 重现性试验:称取同一样品 6 份, 依次分别制得样品溶液, 进样 10  $\mu\text{L}$ , 测得峰面积, RSD 为 1.9%。

2.8 回收率试验:精密称取同产地药材约 1 g, 按高、中、低 3 个质量浓度 0.244、4.88、12.20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  加入一定量对照品溶液, 按供试品溶液制备方法制备, 采用上述色谱条件进样测定, 得香草酸平均回收率分别为 97.7%、98.6%、97.1%。

2.9 含量测定:分别精密吸取各地药材供试品溶液 10  $\mu\text{L}$ , 进样, 以外标法计算供试品溶液中香草酸含量, 结果见表 1。

### 3 讨论

3.1 地骨皮中脂溶性成分很少。先后用水提取, 甲醇提取, 50%、70%、95%乙醇和无水乙醇提取, 然后甲醇溶解进样。还将上述提取物提取后, 用水混悬, 醋酸乙酯萃取, 挥干醋酸乙酯后, 甲醇溶解进样。还用了生药材碱提酸沉法, 和上述溶剂提取后再碱提酸沉纯化后甲醇溶解进样, 进行实验。结果表明, 用

表 1 香草酸含量测定结果( $n=3$ )

Table 1 Determination of vanillic acid ( $n=3$ )

药材产地	香草酸/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	药材产地	香草酸/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$
河南濮阳	18.13	内蒙古五原	38.68
河北石家庄	21.93	甘肃兰州	55.51
宁夏中宁	13.54	北京	4.63
宁夏银川	16.55	江苏杭州	8.81
河北唐山	9.20	河北辛集	35.92
辽宁朝阳	15.65	吉林四平	23.52
四川成都	42.24	贵州贵阳	45.03
上海	59.03	新疆乌鲁木齐	23.58
广东广州	50.56	内蒙古通辽	4.43
山东济南	103.47	云南昆明	27.40
四川资中	34.54	重庆	6.22
辽宁兴县	88.06	四川雅安	9.25
青海西宁	17.63		

甲醇提取效果好, 杂质干扰少, 香草酸含量高。

3.2 提取药材时, 先后用水浴回流提取、超声提取、索氏提取, 最后证明索氏提取方便、提取完全。还考察了索氏提取时间, 试验结果表明 30 min 提取完全。

3.3 香草酸在 217、260、290 nm 有最大吸收, 在 217 nm 时, 杂质较多; 260 nm 比 290 nm 有更强吸收, 所以选择 260 nm 为测定波长。

3.4 分析结果表明, 各产地的地骨皮中香草酸的含量有较大差别, 地骨皮的质量有待正确评价。

### Reference:

[1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.

## 欢迎订阅《中草药》杂志 1996 年~1999 年增刊

为了扩大学术交流, 提高新药研究水平, 经国家科技部批准, 我部从 1996 年起, 每年出版增刊一册。

1996 年第 27 卷增刊为“第一届中药新药研究与开发信息交流会”会议论文集, 特邀了国内知名专家、中青年学科带头人就中药新药研究的方向、法规及如何与国际接轨等热点问题撰文阐述, 并有反映国内中药化学、药理、分析、制剂、药材、临床方面的新理论、新方法、新成果的科研论文和有关综述性文章 128 篇, 共 320 页(约 60 万字)。

1997 年第 28 卷增刊收载论文 92 篇, 共 144 页(约 30 万字), 其中“紫杉醇”研究方面的论文 12 篇, 包括紫杉醇的化学成分、提取工艺及组织培养等方面的科研论文, 并特邀国内从事紫杉醇研究的知名专家和中青年学科带头人撰写综述文章, 充分反映了紫杉醇研究方面的新成果、新进展和新动态。

1998 年第 29 卷增刊收载论文 80 篇, 共 160 页(约 30 万字), 以当今国际研究的热点“银杏叶”为专论重点, 包括银杏叶的化学成分、提取工艺、质量控制、药理作用及临床应用等方面的科研论文 20 篇, 充分反映了国内外银杏叶开发研究方面的新成果、新进展和新动态。

1999 年第 30 卷增刊为“庆祝《中草药》杂志创刊 30 周年暨第二届中药新药研究与开发信息交流会”会议论文集, 收载论文 160 篇, 共 224 页(约 45 万字)。特邀中国工程院院士、国家药品监督管理局药品审评中心及国内十多位知名专家和中青年学科带头人就中药新药研究热点问题撰写了综述文章。

以上各卷增刊选题广泛、内容新颖、学术水平高、科学性强, 欢迎广大读者订阅。

地址:天津市南开区鞍山西道 308 号  
电话:(022) 27474913 23006821

邮编:300193  
E-mail: zyczzbjb@tjipr.com