

50%乙醇洗脱。

3.4 实验结果显示,此法测定沙苑子中沙苑子苷,分离效果、线性关系、精确度、重现性好,准确性高,可用于沙苑子药材和提取物中沙苑子苷的测定。不同地区、不同批号沙苑子中沙苑子苷质量分数有一定差异。

References:

- [1] Chen M H, Liu F S. Study on chemical constituents of *Semen Astragali Complanati* I [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1987, 12(2): 106-108.
- [2] Gu Y, Liu Y H, Li G G, et al. Study on chemical con-

stituents of *Semen Astragali Complanati* [J]. *North Pharm J* (西北药学杂志), 1997, 12(3): 107-109.

- [3] Cui B L, Motoyuki N, Junei K, et al. Structures of three new acylated flavonol glycosides from *Astragalus complanatus* R. Br. [J]. *Chem Pharm Bull*, 1992, 40(7): 1943.
- [4] Cui B L, Yusuke S, Takashi T, et al. Four new oleanene derivatives from the seeds of *Astragalus complanatus* [J]. *Chem Pharm Bull*, 1992, 40(1): 136.
- [5] Han X D. Advance in studies on character identification, chemistry and pharmacology of *Astragalus complanatus* R. Br. [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药研究), 1996, 7(4): 251-252.
- [6] Liu C Y, Gu Z L, Zhang K P, et al. Effect of flavonoids of *Astragali complanati* on liver fibrosis induced by DMN in rats [J]. *Chin Pharmacol Bull* (中国药理学通报), 2004, 20(1): 110-114.

薄层扫描法测定枇杷叶中熊果酸

韩小龙,陈开勋*

(西北大学化工学院,陕西 西安 710069)

枇杷叶为常用中药材,是蔷薇科植物枇杷 *Eriobotrya japonica* (Thunb.) Lindl. 的干燥叶。枇杷叶入药始载于《名医别录》,列为中品。枇杷叶归肺、胃经,具清肺、止咳、降逆止呕作用,用于治疗肺热咳嗽、气逆喘急、胃热呕逆、烦热口渴之症状。其有效成分有挥发油、三萜化合物、皂苷和有机酸^[1]。其中所含三萜化合物中的熊果酸现代药理研究表明具有镇静、抗炎和增强机体免疫等作用,而且极有可能成为有效的新型抗癌药物^[2]。目前国内对枇杷叶中熊果酸的测定尚未见具体报道,本实验采用薄层扫描法测定其熊果酸的质量分数,方法简单、快速、重现性好,效果令人满意。

1 仪器与试剂

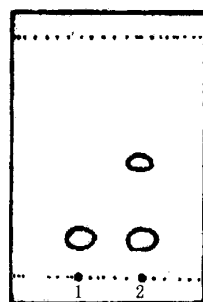
TLC-Scanner 3 型薄层扫描仪(瑞士卡玛公司);熊果酸对照品(购自中国药品生物制品检定所);硅胶 GF₂₅₄ 预制板(100 mm×200 mm,青岛海洋化工厂分厂);枇杷叶分批采自云南红河州云阳县不同种植点(样品批号为1~5号),经西北大学生命科学院刘建利教授鉴定为蔷薇科植物枇杷 *E. japonica* (Thunb.) Lindl. 的叶,试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:取枇杷叶,干燥粉碎过40目筛。精密称取20 g,置索氏提取器中用12倍无水乙醇回流提取至近无色,减压回收乙醇,浓缩至适

量,转移至100 mL量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取熊果酸对照品7.5 mg,置10 mL量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,质量浓度为0.75 mg/mL,作对照品溶液。



1-熊果酸对照品

2-枇杷叶样品

1-ursolic acid reference substance 2-sample

图1 枇杷叶TLC图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Eriobotrya leaf*

2.3 薄层色谱条件:用微量注射器点样于硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上(厚0.3 mm),展开剂:环己烷-氯仿-醋酸乙酯-冰醋酸(20:5:8:0.5),展开方式:上行展开,显色剂:10%硫酸乙醇溶液,105℃烘约7 min显色,熊果酸斑点为粉红色,Rf值约为0.33,取出在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定。双波长扫描, $\lambda_s = 520$ nm, $\lambda_R = 700$ nm;狭缝1.2 mm×1.2 mm; $S_X = 3$,灵敏度中等,色谱图见图1。

2.4 线性关系考察:精密吸取熊果酸对照品溶液1、2、3、4、5 μ L,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以上述条件展开,显色,扫描,测定各斑点吸收峰面积,以吸光度积分值对点样量作图,得回归方程: $Y = 275.11 X +$

25.05, $r=0.9920$, 结果表明熊果酸在 0.75~3.75 μg 与峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.5 稳定性试验:精密吸取对照品溶液 1 μL , 同上法点样, 展开, 显色, 扫描, 每隔半小时进行测定, 结果表明本法在显色后 2 h 内斑点面积值基本稳定。

2.6 精密度试验

2.6.1 同板精密度试验:精密吸取熊果酸对照品溶液 2 μL , 在同一薄层板上点 5 个点, 按标准曲线条件下依次扫描测定, 其面积积分值 $\text{RSD}=2.3\%$ ($n=5$)。

2.6.2 异板精密度试验:精密吸取对照品溶液 2 μL , 分别点于 5 块不同的薄层板上, 依法测定, 其面积积分值 $\text{RSD}=3.1\%$ ($n=5$)。

2.7 重现性试验:精密称取相同量的枇杷叶粗粉 5 份, 按上述供试品溶液制备方法处理, 得供试品溶液。分别吸取上述溶液 2 μL , 对照品溶液 1、3 μL , 点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 按上述薄层色谱条件展开, 显色, 扫描计算, $\text{RSD}=2.35\%$ ($n=5$), 表明方法重现性良好。

2.8 加样回收率试验:取枇杷叶粉末样品 5 份, 每份 10 g, 分别精密加入熊果酸对照品 2 mg, 按 2.1 项方法制得供试品溶液, 依法测定, 计算回收率, 结果平均回收率为 97.64%, RSD 为 2.16% ($n=5$)。

2.9 样品测定:精密吸取供试品溶液 2 μL , 熊果酸对照品溶液 1、3 μL 分别交叉点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄

层板上, 展开, 晾干, 显色, 扫描, 测定积分值, 用外标两点法计算, 结果见表 1。熊果酸平均质量分数 0.504%, RSD 为 1.03% ($n=5$)。

表 1 样品中熊果酸的测定结果

Table 1 Determination of ursolic acid in *Eriobotrya* leaves by TLC scanning

样品批号	熊果酸/%	样品批号	熊果酸/%
1	0.503	4	0.510
2	0.501	5	0.498
3	0.509		

3 讨论

3.1 多数文献报道, 测定熊果酸的展开剂均为环己烷-氯仿-醋酸乙酯系统, 但试验时发现熊果酸的斑点有一定拖尾, 加入适量冰醋酸能明显改善拖尾, 使斑点圆整。

3.2 本试验结果表明, 枇杷叶中熊果酸的量较高。实验所采用的枇杷叶采自云南红河州云阳县, 考虑到枇杷叶在全国分布较广, 产地较多, 不同产地与不同采收期枇杷叶中定有差异。对此, 笔者将以后做进一步研究。

References:

- [1] Chen Y Y, Zhu B L, Lin Y L. Study on *Eriobotrya* leaves of Fujian [J]. *Strait Pharm J* (海峡药学), 2001, 13(1): 42.
- [2] Huang J, Sun Y, Lu S X. Experimental study on apoptosis induced by ursolic acid isolated from asparagusin HL60 cells [J]. *Chin J Integrated Tradit Chin West Med* (中国中西医结合杂志), 1999(5): 201-203.

白藜芦醇及其糖苷在虎杖中的存在形式及测定

刘志杰, 李晓峰, 万谦宏

(天津大学药物科学与技术学院, 天津 300072)

白藜芦醇是虎杖中的主要有效成分。具有抗菌、抗炎、抗氧化、调节血脂的作用, 是一种极有前途的抗癌新药^[1,2]。白藜芦醇在自然条件下, 以自由态和糖苷两种形式存在。从化学结构上看, 白藜芦醇及其糖苷还存在顺式和反式两种异构体。有关白藜芦醇的药理作用和中药中白藜芦醇的色谱分析方法的报道很多^[3,4], 但对白藜芦醇及其糖苷的顺、反式两种结构的药理作用和效价差别尚没有进行系统的比较与研究。有关白藜芦醇顺、反异构体的互变以及确认原药材中白藜芦醇及其糖苷的存在形式, 未见研究报道。因此建立一种可同时分离和检测白藜芦醇 4

种单体的分析方法, 无论是对中药材的成分分析还是对药品的质量控制都具有重要意义。本实验首先研究了白藜芦醇在紫外光照射下的异构化反应, 然后建立了一种可同时检测 4 种单体的分析方法, 最后将此方法用于实际样品虎杖的分析。

1 仪器与试剂

TJ—2000 高效液相色谱仪(北京创新通恒科技有限公司); HP8543 紫外分光光度计(惠普公司); ZF—1 型三用紫外分析仪(上海顾村光电仪器厂); 反式白藜芦醇对照品、反式白藜芦醇糖苷对照品(天津尖峰天然产物研究开发公司提供, 质量分数分别