仅为 0.69 mg/g。

3.3 红景天的愈伤组织/细胞培养：由于野生资源的匮乏，通过愈伤组织和细胞培养生产所需要的目标产物愈来愈引起人们的重视与关注。实验表明来源于 *R. coccinea* 的愈伤组织能够产生红景天苷，质量分数为 2.68 mg/g，同野生 *R. coccinea* 相比，愈伤组织中红景天苷不够高，但通过高产细胞株系的筛选和培养条件的探索与优化，将可以达到或超出天然来源的含量[5]。利用红景天愈伤组织/细胞的大规模培养生产有关活性代谢产物将具有广阔的前景。

References:

[1] Sheng C Z, Yuan Y J, Jiang Y. Advances in studies on *Rhodiola saccharinensis* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35(6): 699-702.

[2] Wang G L, Chen D C. Advance on phytochemistry and pharmacology researches of *Rhodiola* L. species [J]. *J Plant Resour Environ* (植物资源与环境), 1994, 3(3): 54-57.

[3] Wang S, You X T, Wang F P. HPLC determination of salidroside in the roots of *Rhodiola* genus plants [J]. *Acta Pharm Sin* (药学学报), 1992, 27(11): 849-851.

[4] Wang X Q. HPLC determination of salidroside in 6 *Rhodiola* species produced in Qinghai [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 2000, 35(8): 513-514.

[5] Bourgaud F, Gravot A, Milesi S, *et al*. Production of plant secondary metabolites: a historical perspective [J]. *Plant Sci*, 2001, 161: 839-851.

HPLC 法测定祖师麻中紫丁香苷

齐香君，李 楠，单燕凤，彭友慧

（陕西科技大学生命科学与工程学院，陕西 咸阳 712081）

祖师麻系瑞香科植物黄瑞香 *Daphne giraldii* Nifshe，药用其茎皮和根皮。主要产于甘肃、四川、陕西、山西等省山区。文献记载有祛风除湿、活血散瘀等作用。民间广泛用于治疗疼痛、跌打损伤、风湿性关节炎和支气管炎等症。近年来亦有将药材制成祖师麻膏药、祖师麻注射液、祖师麻风湿膏等治疗各种疼痛。紫丁香苷为其活性成分之一，为了更好地控制祖师麻及其制剂的质量，本实验采用反相高效液相色谱法，对陕西眉县、四川、甘肃产祖师麻中紫丁香苷的测定方法进行了研究，为更好地完善该药材及其制剂的质量控制标准提供依据。

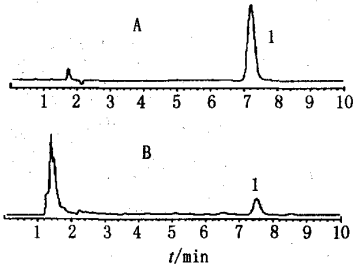
1 仪器与试药

高效液相色谱仪，包括 AT. Chrom C_{18} 柱（兰州药物研究所），1525 Binary 色谱泵，2487 双波长紫外检测器，Breeze 色谱工作站（美国 Waters 公司）；760 双光束紫外可见分光光度计（上海精密仪器有限公司）；KQ－250DE 医用数控超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）；DHG－9123A 电热恒温鼓风干燥箱（上海精宏实验设备有限公司）。

紫丁香苷对照品（98.5%，陕西省中药研究所实验室提供）；祖师麻（购于陕西、四川、甘肃医药采购站）由陕西中医学院中药系雷国莲教授鉴定；乙腈、甲醇为色谱纯，娃哈哈纯净水；其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件：色谱柱：AT. Chrom C_{18} 柱（150 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相：乙腈-水（1∶9）；体积流量：1.0 mL/min；柱温：室温；检测波长：223 nm[1]；在该色谱条件下，样品中紫丁香苷与其他组分分离效果良好，对照品与样品色谱图见图 1。



1-紫丁香苷

1-syringin

图 1 对照品（A）与样品（B）色谱图

Fig. 1 Chromatograms of reference substance (A) and sample (B)

2.2 对照品溶液的配制：精密称取干燥至恒重的紫丁香苷对照品 10.5 mg 至 50 mL 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，配制成质量浓度为 210 μg/mL 的紫丁香苷对照品溶液。

2.3 供试品溶液的配制[2]：精密称取干燥至恒重的祖师麻粉末 1.0 g，加入适量水作为提取溶剂，经超声 3 次提取（每次 50 min，50 ℃，功率 80%），合并 3

收稿日期：2005-02-12

次滤液定容，即得供试品溶液。

2.4 线性关系：分别精密吸取紫丁香苷对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、10.0 μL 进样，依上述色谱条件测定，以紫丁香苷峰面积积分值为纵坐标。紫丁香苷对照品的量为横坐标，绘制标准曲线，得回归方程为 $Y=5.03\times10^6 X-2.23\times10^4$，$r=0.9992$，线性范围为 0.21～2.1 μg。

2.5 精密度试验：精密吸取上述供试品溶液 20 μL，按上述色谱条件连续进样 5 次，结果紫丁香苷平均峰面积的 RSD 为 1.51%（$n=5$）。

2.6 稳定性试验：精密吸取上述供试品溶液 20 μL，于 0、2、4、6、8、10、12 h 进样，结果紫丁香苷平均峰面积的 RSD 为 1.66%（$n=7$）。结果表明供试品溶液在 12 h 内基本稳定。

2.7 重复性试验：精密称取同一批已恒重干燥的祖师麻粉末 0.5 g（$n=5$），每份加入 30 mL 水，依供试品溶液制备方法制备样品液，进样 20 μL，结果紫丁香苷平均峰面积的 RSD 为 3.48%。

2.8 加样回收试验[3]：精密称取已知含量的陕西产祖师麻粉末 0.5 g（$n=5$），分别精密加入紫丁香苷对照品溶液 3 mL，依供试品溶液的制备方法制备样品液，测定回收率。平均回收率为 101.5%，RSD 为 1.16%。

2.9 样品测定：精密称取干燥至恒重的祖师麻粉末 0.5 g（$n=5$），依样品溶液制备方法制备，在上述色谱条件下各进样 20 μL，测定，根据测得的峰面积代入回归方程计算样品中紫丁香苷的量，结果见表 1。陕西眉县产祖师麻中约含 1.702 mg/g 紫丁香苷，四川产约含 2.271 mg/g，甘肃产约含 2.031 mg/g。

表 1 祖师麻中紫丁香苷的测定结果（$n=5$）

Table 1 Determination of syringe in *Cortex Daphnes Giraldii* ($n=5$)

产 地	紫丁香苷/(mg·g^{-1})	RSD/%
陕西眉县	1.702	1.69
四川	2.271	2.55
甘肃	2.031	1.25

3 讨论

3.1 我国境内祖师麻的主要产地为西部山区，本实验对主要产地陕西、四川、甘肃 3 个省的祖师麻中的紫丁香苷进行了测定，建立了 HPLC 色谱方法，为中药材的质量控制提供了依据。

3.2 祖师麻中含有多种化学成分，在提取祖师麻中紫丁香苷时，曾选用不同的溶剂进行提取，例如甲醇、乙醇等，但由于提取出的杂质成分较多，干扰测定，最终选择水作为提取溶剂。

3.3 采用高效液相色谱法测定祖师麻中紫丁香苷含量时，曾对色谱条件进行考察，也分别采用了乙腈-水、甲醇-水等的不同比例作为流动相，考察了 223、267 nm 的检测波长。结果发现采用流动相乙腈-水（1∶9）；波长 223 nm；体积流量 1 mL/min 的条件为佳，在此条件下，紫丁香苷能与其他物质分离良好。

3.4 本方法具有样品预处理简单，方法回收率稳定等特点，可以作为祖师麻中紫丁香苷的测定方法。

References:

[1] Yang S X, Zhao G Z, Zhang S M, *et al*. Determination of syringe in Ciwujia Injection by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2001, 21(1): 16.

[2] Miao A D, Sun D J, Peng Y, *et al*. PR-HPLC Determination of syringe in Xuelian Injection [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 2003, 23(4): 289.

[3] Yu M Q, Chen J M. Determination of syringin and rutin in species of *Saussurea* by HPLC [J]. *Chin J Chromatogr* (色谱), 2001, 19(3): 243.

不同生长期和不同产地虎杖总蒽醌比较

江兰英[1]，谢细平[1]，陈华龙[1]，余少婷[2]

（1. 韶关市药品检验所，广东 韶关 512028；2. 清远市药品检验所，广东 清远 511500）

虎杖系蓼科蓼属植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc. 的根茎和根，采挖时间在春秋两季。虎杖入药始见于《雷公炮制论》，《别录》列为中品，味苦、酸，性微寒，归肝、胆经。传统用于血瘀诸症，可活血散瘀，祛风通络，清热利湿，解毒。临床制剂种类较多，例如解毒降脂片（广东雷霆国药有限公司）；胆宁片（上海中药一厂）等。虎杖根和根茎含游离蒽醌及蒽醌苷，主要为大黄素（emodin）、大黄酚（chrysophanol）、大黄素甲醚 8-*O*-β-*D*-葡萄糖苷（physcion-8-*O*-β-*D*-glucoside）、大黄素 8-*O*-β-*D*-葡

收稿日期：2004-11-05

作者简介：江兰英（1956－），女，副主任中药师，从事药品质量检测和管理工作。 Tel：(0751)8722975