

个, 4.00% ~ 4.99% 的有 32 个, 5.00% ~ 5.99% 的有 18 个, 6.00% ~ 6.99% 的有 8 个, 7.00% 以上的有 2 个样品。可以看出大多数药材中的丹酚酸 B 的量集中在 3.00% ~ 5.99%, 而小于 3.00% 的样品可视为丹酚酸 B 量偏低, 超过 6.00% 的样品可视为量较高的。另外, 从图 2 可以看出, 样品的量基本符合正态分布。

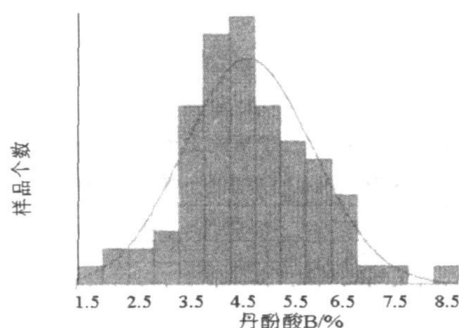


图 2 数据分布柱状图及正态分布曲线

Fig. 2 Histogram and normal curve

3 讨论

3.1 本实验还选择了几种不同的流动相系统, 甲醇-水 (醋酸调成不同 pH 值)、乙腈-水 (磷酸调成不

同 pH 值) 结果表明: 甲醇-乙腈-甲酸-水 (30: 10: 1: 59) 为最佳, 丹酚酸 B 分离情况较好, 保留时间较短。

3.2 经二级管阵列检测器 190~400 nm 扫描, 从丹酚酸 B 紫外扫描图, 可以看出丹酚酸 B 在 286 nm 有明显的吸收峰值, 因此检测波长的选择为 286 nm。

3.3 本实验收集了大量的丹参样品, 所得数据具有一定的代表性, 能够在一定程度上说明丹参药材中丹酚酸 B 量集中范围。但中药成分复杂, 本实验只考察了丹参样品中的丹酚酸 B 的量, 至于其他成分还有待实验考察。

References

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.
- [2] Ling H Y, Lu X Z H, Zhao Y L, et al. The survey on the research of Water-soluble components of Chinese medicine "Danshen" [J]. Nat Prod Res Dev (天然产物研究与开发), 1999, 11(1): 75-81.
- [3] Ai Q. Chemical constituents and pharmacological effects of *Salvia miltiorrhiza* Bunge [J]. Chin J Med Writing (中华医学写作杂志), 2003, 10(9): 847-849.
- [4] Cheng X F, Wang F, Feng Y F, et al. Determination of salicylic acid B in *Radix Salvia Miltiorrhiza* by HPLC [J]. Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 2003, 23(2): 149-150.

HPLC法测定草豆蔻中小豆蔻明

谭洁珍, 李杰明*

(美晨集团股份有限公司, 广东 广州 510075)

草豆蔻为姜科植物草豆蔻 *Alpinia katsumadai* Hayata 的干燥近成熟种子。气香, 味辛, 微苦, 性温, 归脾、胃经。具燥湿健脾、温胃止呕功效。用于治疗寒湿内阻、脘腹胀满冷痛、暖气呕逆、不思饮食^[1]。种子含黄酮类化合物: 小豆蔻明 (cardamomin)、山姜素 (alpinetin)、鼠李柠檬素 (rhamnocitrin); 及挥发油, 油中含 α -草烯 (α -humulene)、反金合欢醇 (trans-farnesol) 等^[2]。

1 仪器与试药

日本岛津 LG-6A 高效液相色谱仪; 浙江普惠 SEPU3000 色谱工作站; 甲醇 (MERCK) 色谱纯; 高纯水; 其余试剂均为分析纯。

对照品小豆蔻明由中国药品生物制品检定所提

供, 批号 763-9001。草豆蔻为海南省万宁县生产的草豆蔻, 经广州美晨药业公司中药研究室鉴定为草豆蔻 *Alpinia katsumadai* Hayata。

2 方法与结果

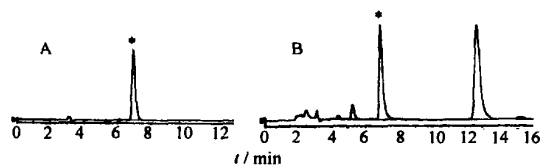
2.1 色谱条件: 色谱柱为大连依利特 Hypersil BDS 柱 (250 mm × 4.6 mm); 流动相为甲醇-水 (75: 25); 检测波长 343 nm; 体积流量 0.8 mL/min; 柱温 40℃; 进样量为 10 μ L。色谱图见图 1。

2.2 供试品溶液的制备: 将草豆蔻药材粉碎并过 40 目筛, 备用。精密称取干燥的药材粉末 0.2 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定质量; 加热回流 20 min, 放冷, 密塞, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 将续滤液用 0.45

* 收稿日期: 2005-03-24

作者简介: 谭洁珍 (1961-), 女, 广东广州市人, 高级实验师, 从事质量检验和中药质量研究工作。

Tel: (020) 37607861 E-mail: oscarroom@126.com



* -小豆蔻明
+ -cardamomin

图 1 小豆蔻明对照品 (A) 和样品 (B) 色谱图

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

μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.3 标准曲线的制备: 精密称取小豆蔻明对照品适量, 置棕色容量瓶中, 加甲醇制成含小豆蔻明 $78.4 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液, 作为对照品储备溶液。分别精密吸取对照品溶液 0.5 1.0 1.5 2.0 2.5 mL 置 10mL 容量瓶中, 加入甲醇稀释至刻度, 摇匀, 在上述色谱条件下分别进样 $10\mu\text{L}$, 记录色谱峰面积, 以对照品质量浓度 (C) 对峰面积 (A) 进行线性回归, 得回归方程为 $A = 8.2 \times 10^3 + 3.04 \times 10^7 C$, $r = 0.9999$ 。结果表明, 小豆蔻明在 $3.9 \sim 19.6 \mu\text{g}/\text{mL}$ 有良好的线性关系。

2.4 稳定性试验: 取同一批样品溶液 (批号 040818) 4h 内每间隔 1h 测定 1 次, 测得小豆蔻明峰面积积分值 $\text{RSD} = 0.82\%$ ($n = 5$), 实验表明 4h 内基本稳定。

2.5 精密度试验: 精密吸取 $15.68 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的小豆蔻明对照品溶液, 连续 6 次进样, 测定其峰面积, $\text{RSD} = 0.12\%$ ($n = 6$)。

2.6 重现性试验: 按样品溶液的制备方法, 分别制

备 (批号 040818) 供试品溶液 5 份, 在上述色谱条件下测得峰面积积分值 $\text{RSD} = 0.72\%$ ($n = 5$)。

2.7 加样回收试验: 精密量取已知量的样品 (批号 040818) 共 6 份, 分别精密加入精密配制的对照品溶液 ($0.392 \text{ mg}/\text{mL}$) 1 1 2 2 3 3 mL , 按上述样品制备方法, 制备加样回收供试品溶液, 测定质量分数, 计算回收率, 结果平均回收率为 98.3% , $\text{RSD} = 2.02\%$ ($n = 6$)。

2.8 样品测定: 按上述条件和方法测定产地为海南万宁的 10 批样品, 测定结果见表 1。

表 1 样品中小豆蔻明测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Determination of cardamomin in sample ($n = 3$)

批号	小豆蔻明 / ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	批号	小豆蔻明 / ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
040510	4.32	050125	4.67
040818	4.39	050313	5.21
040925	5.97	050416	4.79
041023	6.00	050519	4.26
041226	4.81	050619	4.85

3 讨论

3.1 本实验考察了甲醇、乙醇、醋酸乙酯等不同的提取溶剂和提取时间, 以及超声波和水浴回流等不同提取方法, 最终确定以甲醇水浴回流 20min 为最佳提取方法。

3.2 本法测定草豆蔻中小豆蔻明的量, 样品预处理简单, 有效成分分离良好, 而且无其他成分干扰, 对药材的质量控制有一定的参考价值。

References

- [1] Ch P (中国药典) [M]. Vol II. 2005.
- [2] Editorial Board of China Herbal, State Administration of Traditional Chinese Medicine, China. China Herbal (中华本草) [M]. 1st ed. Vol 8. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1999.

欢迎订阅《中草药》杂志 2005 年增刊

2005 年 11 月 25 日 ~ 30 日, 由天津药物研究院和中国药学会主办的“第五届中药新药研究与开发信息交流会暨《中草药》杂志第九届编委会”在海南省海口市召开, 为了配合会议的召开, 本刊编辑部编辑、出版了《中草药》杂志 2005 年第 36 卷增刊。本增刊共收载论文 150 余篇, 特邀中国科学院院士、中国工程院院士和国内十余位知名专家和中青年学科带头人, 就中药现代化和中药走向国际等热点问题撰写综述性文章, 另外还有反映国内近年来中药植化、药理、分析、制剂、药材资源和临床等新成就的科研论文和综述性文章。

增刊为大 16 开本, 350 页 (约 70 万字), 天津市报刊增刊特许准印证 (2005) 第 063 号, 定价 60 元, 另加 5.00 元邮费。欢迎广大读者直接向《中草药》杂志编辑部订阅, 款到寄刊。

编辑部地址: 天津市南开区鞍山西道 308 号 邮编: 300193 网址: www.tjipr.com

电话: (022) 27474913 23006821 传真: (022) 23006821 E-mail: zeyczybjb@tjipr.com