

流动相(2)色谱峰保留时间不稳定;流动相(3)由于加入了磷酸二氢钾,能够维持流动相 pH 值稳定,实验重现性良好,故选为本实验流动相。

3.2 检测波长的选择:样品中 3 种生物碱的色谱峰经 DAD 检测,其 UV 光谱与各自对照品的 UV 光谱一致,均在 210 nm 处接近最大吸收,因此测定波长选定为 210 nm。

3.3 提取条件的考察:在提取溶剂的考察试验中,选择了以甲醇、乙醇、丙酮、50%甲醇、20%乙醇、1 mol/L 盐酸-20%乙醇溶液(1:10)为提取溶剂,结果表明 20%乙醇和 1 mol/L 盐酸-20%乙醇溶液(1:10)为提取溶剂效果较好,但由于酸浸泡后生物碱成盐,可提高其测定的准确度,因此提取溶剂确定

为 1 mol/L 盐酸-20%乙醇溶液(1:10);在提取时间与次数的考察试验中,结果表明样品浸泡 12 h 后超声处理 2 次,每次 1 h,可将 3 种生物碱基本提取完全。故最终选择以 1 mol/L 盐酸-20%乙醇溶液(1:10)为提取溶剂,样品浸泡 12 h 后超声处理 2 次,每次 1 h 为最佳提取条件。

References:

- [1] Lou Z C. *Species Systematization and Quality Evaluation of Commonly Used Chinese Traditional Drugs* (常用中药材品种整理与质量研究) [M]. Vol 1. Beijing: Peking University Medical Press, 1998.
- [2] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [3] Wang B Q. *Studies on Quality Standard of Chinese Herbal Medicine and Reference Substance* (中成药质量标准与标准物质研究) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1994.

HPLC 法测定茯苓皮中茯苓酸

段 启¹,李霞兰²,王少军²,钟 铁²,龚千锋³,杨世林²

(1. 广东康美药业股份有限公司 技术研究中心,广东 普宁 515300; 2. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心,江西 南昌 330006; 3. 江西中医学院,江西 南昌 330006)

茯苓皮为多孔菌科真菌茯苓 *Poria cocos* (Schw.) Wolf 的干燥菌核的皮,性平,味甘、淡,归心、肺、脾、肾经^[1],功能利水渗湿、健脾和胃、宁心安神;主要含有三萜酸类如茯苓酸和多糖等有效成分^[2]。《中国药典》2000 年版测定项尚无其化学成分测定。本研究采用 RP-HPLC 法测定安徽、湖北、云南产茯苓皮中茯苓酸,为评价茯苓皮药材质量提供一种准确可靠的分析方法。

1 仪器与试剂

Agilent1100 液相色谱仪,UV 检测器,含在线真空脱气机、四元梯度泵、柱温箱、Agilent 化学工作站、超声波清洗机、METTLER AE240 电子天平;甲醇、磷酸和乙腈为色谱纯,水为双蒸馏水;茯苓药材由本课题组采集,经本院鉴定教研室刘贤旺教授鉴定均为《中国药典》规定的多孔菌科真菌茯苓 *Poria cocos* (Schw.) Wolf,共 10 批,见表 1。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性:Hypersil ODS-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm);流动相:乙腈-0.5%磷酸水(70:30);体积流量:0.8 mL/min;检测波长为 242

表 1 茯苓皮药材产地及名称

Table 1 Names and habitats of Cortex *Sclerotii Poriae*

编号	样品产地	采收时间
1	湖北罗田县九资河镇九资河村 南朝北山坡	2003-10-31
2	湖北罗田县九资河镇九资河村 村东面山坡	2003-10-31
3	湖北罗田县九资河镇九资河村 村朝南坐北山坡	2003-10-31
4	湖北罗田县九资河镇烂泥畈村	2003-9-25
5	云南武定县万德乡马德坪村北山坡	2003-10-25
6	云南武定县万德乡马德坪村南山坡	2003-10-25
7	云南武定县万德乡马德坪村东山坡	2003-10-25
8	安徽金寨县桃岭乡桐岗村村东山坡	2003-11-07
9	安徽金寨县桃岭乡桐岗村村西山坡	2003-11-07
10	安徽金寨县桃岭乡桐岗村村南山坡	2003-11-07

nm;柱温为 30 ℃。

2.2 对照品溶液的制备:精密称定茯苓酸对照品 1.81 mg,置于 10 mL 的容量瓶中加甲醇至刻度,摇匀即得 0.181 mg/mL 的对照液。

2.3 供试样品的制备:精密称定茯苓皮粗粉约 0.27 g,置 100 mL 具塞锥形瓶中,加 20 mL 甲醇加塞称定。于超声仪中提取 15 min,称定,补足质量,0.45 μm 微孔滤膜滤过,滤液密封备用。

2.4 标准曲线的绘制:精密吸取对照品溶液 0.2、

0.5、1.0、2.0、5.0 mL 置于 10 mL 的容量瓶中加入甲醇至刻度,制成不同质量浓度的对照液,分别进样 10 μ L,以色谱峰峰面积为纵坐标,对照品质量浓度为横坐标做线性回归,回归方程为 $Y=657.53 X$, $r=0.9999$ 。结果表明茯苓酸在 0.362~9.050 μ g 与色谱峰面积呈良好线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取同一样品溶液 10 μ L,连续进样 6 次,以茯苓酸的峰面积计算,其 RSD=2.3%。结果表明:6 次测定的 RSD<2.3%,具有良好的精密性。

2.6 稳定性试验:精密吸取同一样品溶液分别于 1、2、4、8、12、24 h 各进样 10 μ L,以茯苓酸峰面积计算,其 RSD=2.12% ($n=6$),表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.7 重现性试验:精密称定同一批药材样品 6 份,按样品液制备法制备,各吸取 10 μ L 进样测定,其 RSD=1.12%。结果表明该方法重现性良好。

2.8 回收率试验:精密称取已知量的样品约 1.0 g,分别加入定量的茯苓酸,按照供试品项下规定制备并测定其回收率,其平均回收率为 99.58%,RSD=0.802% ($n=6$)。

2.9 样品测定:取不同产地茯苓皮粗粉按供试样品项下进行操作并测定量,结果表明安徽茯苓中茯苓酸的量最高(0.5737%),云南茯苓皮次之(0.451%),湖北茯苓皮中茯苓酸量最低(0.3223%)。色谱图见图 2。

3 讨论

3.1 《中国药典》2000 年版中没有茯苓药材的量测定,本研究采用了流动相乙腈-0.5%磷酸水(70:

30,75:25,80:20)及梯度洗脱的方法,结果表明比流动相为 70:30 时洗脱效果较好,故本实验流动相比为 70:30。

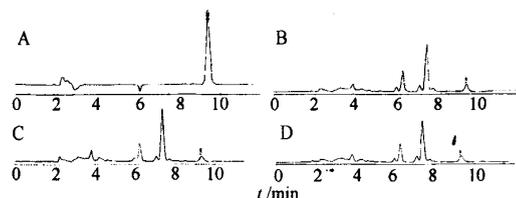


图 2 茯苓酸(A)、安徽产茯苓皮(B)、云南产茯苓皮(C)和湖北产茯苓皮(D)HPLC 图

Fig. 2 HPLC Chromatogram of tumulosic acid (A), Cortex Sclerotii Poriae in Anhui (B), Cortex Sclerotii Poriae in Yunnan (C), and Cortex Sclerotii Poriae in Hubei (D)

3.2 提取方法和提取时间的不同对茯苓酸的提取能力也不一样。结合文献资料和常规提取方法,考察了冷浸提取法,水浴提取法及超声提取法 3 种方法的提取能力。结果表明超声提取法明显优于其他两种提取方法。考察了超声 15、30、45 min 时的提取能力,结果表明超声 15 min 的提取效果与其他两个时间提取效果无明显差异,故超声时间确定为 15 min。

3.3 测定结果表明,不同产地茯苓中茯苓酸的量存在差异,其中安徽茯苓量最高,云南茯苓量较高,应用时为保证质量应注意产地。

References:

- [1] Ling Y K, Yan Z H. *The Chinese Materia Medica* (中药学) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific Technical Publishers, 1984.
- [2] Xiao C H. *Chemistry of Chinese Materia Medica* (中药化学) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1997.

RP-HPLC 法测定大枣中桦木醇

李明,李明润,高向耘,王 璞

(天津市医药科学研究所,天津 300070)

大枣为鼠李科植物 *Ziziphus jujuba* Mill. 的成熟果实,不仅是味美营养丰富的果品,还是一种常用中药,具有补中益气、补脾和胃、益气生津、养血安神等作用。大枣品种较多,化学成分十分复杂。目前国内外学者对大枣化学成分的研究做了大量工作并取得了较大进展^[1,2]。大枣主要含三萜类、皂苷类、生物碱

类、黄酮类、环磷酸腺苷(cAMP)等成分。三萜类成分有一定的药理活性,因此受到广泛关注。中草药中三萜类的 HPLC 分析方法已有报道^[3,4],但是关于大枣三萜中的桦木醇分析方法及其应用却未见详细报道。本研究建立了桦木醇的 RP-HPLC 法,测定了大枣中桦木醇,为大枣药材的质量控制提供了依据。