

脂酸的平均回收率分别为 100.8%、101.1%、99.32%、101.6%，RSD 分别为 1.76%、2.13%、2.36%、0.65% (n=5)。

2.8 样品的测定：供试品溶液的制备：取精制鸡胆子油 80 mg，精密称定，置 25 mL 量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度。用微量取样器精密量取 50 μL，置 10 mL 具塞离心试管中，按以上方法测定，N₂ 吹干后精密加甲醇 500 μL，振摇 1 min，离心(10 000 r/min) 10 min，上清液即为供试品溶液。精密吸取供试品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪，记录色谱图，由回归方程计算，结果见表 2。

表 2 鸡胆子油中脂肪酸的测定结果 (n=3)

Table 2 Determination of fatty acids in *B. javanica* oil (n=3)

批号	油酸/%	亚油酸/%	软脂酸/%	硬脂酸/%
20041105	69.04	33.49	3.35	5.18
20041112	63.94	31.52	3.62	5.44
20041123	59.63	29.29	2.54	4.33

3 讨论

3.1 Mehta 等^[2]详细讨论了 2,4-二溴苯乙酮在 18-冠-6 醚催化下和 α-溴苯乙酮在三乙醇胺催化下，脂肪酸的衍生化反应及相关的色谱行为。本实验对上述方法均进行了考察，结果发现 ω-溴苯乙酮在三乙醇胺催化下的酯化反应操作简便快捷，而且在

相同色谱条件下，所得脂肪酸酯的保留时间只相当于 2,4-二溴苯乙酮衍生物的一半。在本实验色谱条件下，45 min 内可分析完 1 个样品，而 2,4-二溴苯乙酮衍生物需要 75 min。

3.2 对鸡胆子油的 HPLC 测定已有相关报道^[3]，但采用进口试剂，流动相为乙腈-水(80:20)，价格昂贵；色谱柱为 C₈ 柱，应用范围不如 C₁₈ 柱广泛；流速较高，柱压也相应较高。本实验所建立的方法结合国情，既达到分析的目的又降低了分析成本。

References:

- [1] Chen D C. *Modern Practical Herbal* (现代实用本草) [M]. Beijing, People's Medical Publishing House, 2000.
- [2] Wang Q H, Li J C. The formula and clinical applications of *Brucea javanica* oil [J]. *Heilongjiang Med J* (黑龙江医学), 2002, 26 (10): 762.
- [3] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [4] Sun L L, Wang S L. Quantitative determination of oleic acid in emulsion of *Brucea javanica* oil by GC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1996, 16 (2): 98.
- [5] Ni S, Zheng Y, Huang W H. Determination of oleic acid in *Brucea javanica* oil by TLCS [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药理学杂志), 2000, 15 (5): 381.
- [6] Ding Y, Tang X. Determination of fatty acids in *Fructus Bruceae* oil by precolumn derivaton HPLC [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35 (9): 988-991.
- [7] Mehta A, Annette M. Oeser, et al. Rapid quantitation of free fatty acids in human plasma by high-performance liquid chromatography [J]. *J Chromatogr B*, 1998, 719: 9-23.

分心木的质量标准研究

付文煊, 孙黎敏, 朱 婷, 谈娜嘉, 钟明康

(复旦大学附属华山医院, 上海 200040)

分心木来源于胡桃科植物胡桃 *Juglans regia* L. 果核的干燥木质隔膜, 又称胡桃衣、胡桃夹、胡桃隔等, 味苦、涩, 性平, 入脾、肾经, 固肾涩精, 临床主治遗精、淋病、血尿、带下、泻痢等。胡桃始载于《开宝本草》, 在我国主产于河北、山西、山东等地。本实验对分心木中鞣质进行了定性分析, 并建立了测定该药材中活性鞣质的方法, 建立了该药材质量标准。

1 仪器与材料

分心木药材购自上海虹桥药业饮片厂, 经笔者鉴定为胡桃科植物胡桃 *J. regia* L. 果核的干燥木质隔膜; 没食子酸对照品(中国药品生物制品检定

所); 鞣酸(AR, 国药集团化学试剂有限公司); 干酪素(AR, 上海光铎科技有限公司); 其余试剂均为分析纯。

岛津 UV2201 型紫外分光光度计; Deata320 型 pH 计。

2 方法与结果

2.1 分心木鞣质类型的分析: 分心木药材粉碎成粗粉, 称取 5.0 g, 加 70% 丙酮浸泡 30 min, 超声处理 15 min, 滤过, 取滤液作为鞣质类型分析试液, 进行定性分析, 结果见表 1。结果表明分心木中鞣质既有可水解鞣质, 也存在缩合鞣质, 为两类鞣质共存。

收稿日期: 2005-05-21

作者简介: 付文煊(1974—), 女, 山东省苍山县人, 中药学硕士, 主管药师, 主要从事中药新药开发工作。

Tel: (021) 62511127-381 Fax: (021) 32120059 E-mail: wenhuanf@sohu.com

2.2 分心木鞣质的 TLC 分析:称取分心木粗粉 3.0 g,加 30 mL 水煎煮 30 min,滤过,取滤液 10 mL,加稀盐酸,直火加热 10 min,冷却后加乙醚萃取 2 次,每次 30 mL,合并乙醚提取液,挥干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液 I;另取 10 mL 滤液,直接用乙醚萃取后同法制成供试品溶液 II。另取没食子酸对照品,加甲醇配制成 0.5 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。取上述供试液各 4 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(80:50:8)为展开剂^[1],展开,取出,晾干。喷以 1%三氯化铁乙醇溶液显色。供试品 I 色谱中,在与对照品相应的位置上,显相同颜色的斑点,供试品 II 则无此斑点,见图 1。提示分心木中无没食子酸,所含鞣质可水解生成没食子酸。

表 1 分心木鞣质定性试验结果

Table 1 Qualitative analysis of tannin in Herb *Seminis Juglantis Septum*

试液和试剂	现象
1%三氯化铁反应	显墨绿色
1%对二甲氨基苯甲醛浓盐酸反应	红色
与稀盐酸共沸	有暗红色沉淀
甲醛浓盐酸反应	加热产生沉淀,滤液加 10%硫酸铁铵调至 pH 中性后显蓝紫色



1-水解后样品水煎液
2-没食子酸对照品
3-样品水煎液
1-hydrolysate of sample
2-gallic acid 3-sample
图 1 对照品及样品的 TLC 图

Fig. 1 TLC Chromatogram of reference substance and samples

2.3 干酪素法测定分心木中活性鞣质^[2]

2.3.1 测定波长的选择:将对照品溶液、供试品溶液和空白对照品溶液显色后,在 500~900 nm 扫描,结果显示样品及对照品均在 750 nm 处有最大吸收,空白对照品溶液则无吸收。表明鞣酸及分心木鞣质显色后的产物有相同的吸收峰,故确定以鞣酸为对照品,采用 750 nm 作为测定波长。

2.3.2 Na_2CO_3 质量浓度的考察:测定了不同质量浓度 Na_2CO_3 对显色结果的影响,结果表明当其质量浓度超过 2%时,会有沉淀产生,从而使显色结果不稳定;当质量浓度低于 1%时,则吸光度明显下降。故确定采用 1.5% Na_2CO_3 显色。

2.3.3 干酪素用量的考察:取同一供试溶液,分别加入 100、200、300、400、500、600 mg 干酪素,测定,结果鞣质的质量分数分别为 1.56%、1.97%、2.95%、3.42%、2.98%、2.70%。结果表明,当加入量为 400 mg 时,测得鞣质的质量分数最高,故确定测定过程中加入干酪素 400 mg。

2.3.4 供试品溶液的制备:精密称取分心木粉末 250 mg,分别加 30%甲醇水溶液 100 mL,静置 15 min 后,称重,超声处理 15 min,补足质量,离心,取上清液作为供试品溶液。

2.3.5 标准曲线的绘制:精密称取干燥至恒重的鞣酸对照品 30.50 mg,置于 100 mL 量瓶中,加 30%甲醇水溶液,溶解并定容,摇匀。精密吸取该溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置于 5 个 10 mL 量瓶中,分别加 30%甲醇水溶液至 5 mL,然后加 pH 5.0 的 0.1 mol/L 醋酸-醋酸钠缓冲液至刻度,摇匀。分别精密吸取该溶液 1.0 mL 于 5 个 10 mL 棕色量瓶中,各加 Folin 试剂 0.5 mL,再加 1.5%碳酸钠溶液至刻度,摇匀,于室温下放置 15 min 后,用 1 cm 比色皿,以蒸馏水平行操作制成空白对照,在 750 nm 波长处分别测定吸光度,数据经回归处理得回归方程: $C=0.0325X$, $r=0.9975$ 。表明鞣酸在 3.05~15.25 $\mu\text{g/mL}$ 时,质量浓度与吸光度呈良好线性关系。

2.3.6 精密度试验:吸取对照品溶液 5 份,平行测定吸光度,计算得 RSD 为 2.02%。

2.3.7 稳定性试验:取供试品溶液显色后,分别于 5、10、15、20、25、30、40 min 时测定吸光度,结果表明显色结果在 10~40 min 内基本稳定,RSD 为 1.11%。

2.3.8 加样回收率试验:精密称取分心木粉末 50 mg(含鞣酸 1.73 mg),加入鞣酸对照品约 1.6 mg,加 30%甲醇 50 mL 超声提取,制备供试品溶液,测定吸光度,计算回收率,结果平均回收率为 97.14%,RSD 为 1.96% ($n=5$)。

2.3.9 样品测定:精密吸取供试品溶液 3.0 mL,加 0.1 mol/L 醋酸-醋酸钠缓冲溶液 10 mL,30%甲醇 7 mL,混匀。精密量取溶液 10 mL,置于已加入干酪素 400 mg 的棕色量瓶中,室温下磁搅拌 1 h,离心,取上清液。分别吸取上述溶液及其上清液各 1.0 mL 置于棕色量瓶中,其余操作按标准曲线的绘制项下进行。测定 A_1 、 A_2 值,据标准曲线由 ΔA 计算供试品溶液中鞣质的质量分数。结果见表 2。

3 讨论

表 2 分心木中鞣酸测定结果 (n=5)

Table 2 Determination of tannin in *Herb Seminis Juglantis Septem* (n=5)

批号	鞣质/%	RSD/%
031216	3.38	2.09
040209	3.46	4.53
040520	2.88	3.66

3.1 建立了千酪素法测定分心木中鞣质的方法,该方法能够有效检测出鞣质,可考虑以此作为药材质量标准。

3.2 近年来的文献研究表明了鞣质类化合物具有抗菌、抗 HIV-1 整合酶活性等多方面的生理活性^[3]。分

心木作为传统中药及维吾尔族民族用药,在临床中有较广泛的应用,但是对其化学成分及药理药效的研究一直未见报道,笔者将对此进行深入研究。

References:

- [1] Lei Q Y, Zhao Y P, Luo H H, et al. Detect tannin by TLC [J]. *China J Chin Mate Med* (中国中药杂志), 1997, 22 (5): 287-289.
- [2] Cheng L F, Tian Y. Test tannin contents of oriental arborvitae leafytwigs by casein method [J]. *Shizhen J Tradit Chin Med Res* (时珍国药研究), 1995, 6 (3): 13-14.
- [3] Zhang C F, Sun Q S, Wang Z T, et al. Inhibitory activities of tannins extracted from stem of *Lindera aggregate* against HIV-1 integrase [J]. *Chin Pharm J* (中国药理学杂志), 2003, 38 (12): 911-914.

洋葱中总黄酮乙醇提取工艺的研究

王卓慧¹, 张沐新², 杨晓虹², 周小平²

(1. 吉林省食品药品监督管理局市场监督处, 吉林 长春 130051; 2. 吉林大学药学院, 吉林 长春 130021)

洋葱, 别名玉葱(《植物学大词典》), 为百合科葱属植物的鳞茎。洋葱按鳞茎形态可分为洋葱 *Allium cepa* L.、分蘖洋葱 *A. cepa* var. *agrogatum* Don、顶球洋葱 *A. cepa* var. *viviparum* Merg. 通常所说的洋葱是指普通洋葱, 为多年生草本, 具强烈香气, 鳞茎较大, 呈球形或扁球形, 外包赤红色皮膜。洋葱含有多种有效成分, 以黄酮类化合物为主。洋葱总黄酮可减轻冠心病症状^[1,2], 诱导肿瘤细胞的凋亡, 具有抗癌活性^[3~6], 其在抗癌及防治心血管系统疾病方面极具开发价值。因此本实验对洋葱总黄酮提取工艺进行了研究。

1 材料、仪器和试剂

洋葱购于吉林省长春市, 产于辽宁省开原市, 经吉林大学药学院生药学教研室王广树教授鉴定。槲皮素对照品由吉林大学药物化学教研室提供, 质量分数为 99.8%。

756PC 紫外可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司), RE-52A 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂), AR1140 电子天平(奥豪斯国际贸易上海有限公司), KQ3200DE 型医用数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司), HH-2 数显恒温水浴锅(常州国华电器有限公司)。所用试剂均为 AR 级。

2 方法与结果

2.1 标准曲线的制定: 精密称取干燥至恒重的槲皮素对照品适量, 用无水乙醇配制成 54 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液。精密吸取该溶液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL 置 25 mL 量瓶中, 精密加 5% 三氯化铝液 8.0 mL, 加无水乙醇稀释至刻度。同法另以空白作对照, 放置 10 min, 在 431 nm 处测定吸光度值。以质量浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线, 经线性回归得回归方程 $Y = -0.0261 + 0.08283X$, $r = 0.9998$ 。可见槲皮素质量浓度在 1.08~12.96 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 与吸光度值的线性关系良好。

2.2 提取物中总黄酮的测定: 精密吸取浸膏溶液 5 mL 于 50 mL 烧瓶中, 加 7.5% 硫酸 10 mL, 水浴加热回流 40 min, 取出冷却后滤过。滤渣及滤纸水洗至中性, 剪碎后加入 50 mL 圆底烧瓶中加无水乙醇回流 2 次, 各加无水乙醇 25、15 mL, 分别回流 30、15 min。取出滤液, 定容在 50 mL 量瓶中。精密量取 8 mL 溶液 2 份, 分置 2 mL 量瓶中, 1 份加无水乙醇至刻度作对照, 另 1 份精密加入 5% 三氯化铝乙醇溶液 8 mL, 再加无水乙醇至刻度。在 431 nm 处测定吸光度值, 根据标准曲线计算总黄酮。

2.3 提取工艺的单因素考察

2.3.1 乙醇体积分数对提取效果的影响: 分别以 3 倍量 30%、40%、50%、60%、70%、80% 乙醇对 50 g

收稿日期: 2005-11-11

作者简介: 王卓慧(1970—), 女, 吉林省长春市人, 在读硕士从事天然药物的科研工作。Tel: (0431) 2725568 Fax: (0431) 8904887

E-mail: wangzhuohui@jlda.gov.cn