

- [4] Shi L F, Deng Y Z, Wu B S. Studies on chemical constituents and their stability of the essential oil from dry rhizome of *Ligusticum chuansiong* Hort. [J]. *China J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1995, 15 (3): 26-30.
- [5] Li H, Wang Y T. Influencing factor of the stability of ligustilide and means of stabilization [J]. *J Jiangxi Coll Tradit Chin Med* (江西中医学院学报), 2003, 15 (1): 56-57.
- [6] Lin L Z, He X G, Lian L Z, et al. Liquid chromatographic-electrospray mass spectrometric study of the phthalides of *Angelica sinensis* and chemical changes of Z-ligustilide [J]. *J Chromat A*, 1998 (810): 71-79.
- [7] Li G S, Ma C J, Li X Y. Studies on the stability ligustilide and the analysis of its isomerized products by GC-MS [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31 (6): 405-407.

天津地区黄花蒿中青蒿素测定

齐向娟, 李士雨, 何玉娟

(天津大学化工学院, 天津 300072)

黄花蒿又名青蒿, 为菊科植物 *Artemisia annua* L. 的干燥全草, 20 世纪 70 年代我国学者从中分离得到的青蒿素 (artemisinin) 是我国唯一得到国际承认的抗疟新药^[1]。

目前, 商用的青蒿素主要来自植物提取物。除黄花蒿外, 尚未发现含有青蒿素的其他天然植物资源。黄花蒿虽然系世界广布种, 但青蒿素量随产地不同差异极大。据迄今的研究结果, 除我国重庆东部、福建、广西、海南部分地区外, 世界绝大多数地区生产的黄花蒿中的青蒿素的量都很低 (不足 0.1%), 无生产价值, 使得青蒿素的天然资源相对匮乏^[2]。天津地区黄花蒿资源丰富, 但至今仍未得到开发利用。本实验对天津地区黄花蒿植物资源的青蒿素的量进行了定量测定, 力求真实客观地反映药材的质量, 同时为该地区黄花蒿的开发利用提供依据。

1 材料

1.1 仪器及试剂: 仪器包括 XF-20C 型粉碎机 (振兴机电仪器厂); DEG-403 型电热真空干燥箱 (天津市天宇实验仪器有限公司); AL204 型分析天平 (上海梅特勒仪器有限公司); RE52AA 型旋转蒸发器 (上海亚荣生化仪器厂); 90-3 型定时恒温双向磁力搅拌器 (上海亚荣生化仪器厂); 2XZ-1 型真空泵 (浙江黄岩求精真空泵厂); UV9100 型紫外分光光度计 (北京瑞丽分析仪器有限公司)。主要试剂有石油醚 (30~60 °C)、乙醇、氢氧化钠, 均为分析纯; 青蒿素对照品 (质量分数 99%, 昆明同持医药研究有限公司提供)。

1.2 试药: 实验所用黄花蒿植株 8 月份采自天津市武清区, 野生, 经北京中医药研究院附属医院孟广义

主任药师鉴定为菊科植物黄花蒿 *A. annua* L. 的地上干燥全草。将干黄花蒿样品用粉碎机粉碎后, 过筛, 制成黄花蒿粉末, 置于干燥器 (40~60 °C) 备用。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 精确称取 80 °C 干燥至恒重的青蒿素对照品 10 mg 置 100 mL 量瓶中, 用 95% 乙醇稀释至刻度。分别吸取 0.2、4、6、8、10 mL 于 50 mL 量瓶中, 以 95% 乙醇补充至 10 mL, 补加 0.2% NaOH 溶液至刻度, 置 50 °C 水浴中反应 30 min, 流水冷却至室温。

取 10 mL 95% 乙醇置于 50 mL 量瓶中, 补加 0.2% NaOH 溶液至刻度配置空白溶液。

2.2 供试品溶液的制备: 将干黄花蒿样品粉碎后, 过筛, 制成青蒿粉末。称取经干燥的黄花蒿样品粉末 1.0804 g, 置于 250 mL 索氏提取器中, 加入 60 mL 石油醚 (30~60 °C) 浸渍 4 h, 50 °C 恒温水浴提取至无色 (48 h)。提取液抽滤, 滤液置于分液漏斗中, 加入 2% NaOH 溶液洗去碱溶性部分, 弃去下层碱液后, 以蒸馏水洗涤至中性。经水洗后的提取液置于茄形烧瓶中 50 °C 旋转蒸发, 得到含青蒿素的浸膏, 再以 95% 乙醇溶解浸膏, 并定容于 100 mL 量瓶中备测。量取样液 5 mL 于 50 mL 量瓶中, 补充 95% 乙醇至 10 mL 后, 加入 0.2% NaOH 溶液至刻度。50 °C 水浴中反应 30 min 后取出, 流水冷却至室温作为供试品溶液。

2.3 测定波长的选择: 青蒿素紫外无吸收峰, 其乙醇溶液与 0.2% NaOH 溶液反应后产生具有紫外吸收的化合物 (α, β -不饱和酮酸盐)。取 2.1 制备的 1 mg/mL 对照品溶液, 测定其紫外光谱图 (260~340

nm),得到紫外光谱中的特征峰 $\lambda_{\max}=292\text{ nm}$ 。

2.4 标准曲线的绘制:分别准确量取 0、2、4、6、8、10 mL 对照品溶液于 50 mL 量瓶中,以 95%乙醇补充至 10 mL,补加 0.2% NaOH 溶液至刻度,置 50℃水浴中反应 30 min,流水冷却至室温。 $\lambda=292\text{ nm}$ 处测吸光度值,得到青蒿素的质量浓度对吸光度值的直线回归方程为: $Y=0.8427X+0.0016$, $r=0.9998$ ($n=5$),青蒿素在 0~0.02 mg/mL 与吸光度具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验:取一定浓度标准溶液连续测定其 292 nm 处吸光度值 5 次,其 $RSD=0.35\%$,表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验:取样品测定项下的溶液,在 292 nm 波长处依前法测定,经 0.5、1、2、3 h 测定,对照品及供试品的吸光度值 RSD 分别为 1.10% 和 0.96%,表明对照品和供试品溶液在 3 h 内稳定。

2.7 重现性试验:精密称取同批样品 5 份,按测定方法进行测定,平均质量分数为 5.084%, RSD 为 1.8%,表明重现性良好。

2.8 回收率试验:精密称取已知量的样品 1.031 0

g,准确加入青蒿素对照品 7.1 mg,依前述提取方法提取并测定样品吸光度值,得到青蒿素回收率 0.986 9%, $RSD=1.34\%$ ($n=5$)。

2.9 样品测定:取 5 批待测样品,分别依上述方法处理,得到天津地区黄花蒿中青蒿素平均质量分数为 5.037 7 mg/g。

3 讨论

3.1 验证青蒿素测定方法,结果表明用紫外分光光度法测定青蒿素,方法简便,易操作,但 NaOH 溶液的质量浓度应控制在 $(0.2\pm0.02)\%$,否则 292 nm 处的吸光度值降低,测定结果不准确。

3.2 采用紫外分光光度法,测得天津地区黄花蒿中青蒿素平均质量分数 5.037 7 mg/g,由此可认定天津地区的黄花蒿资源具有开发利用的前景。

References:

- [1] Wang Z D, Sun F H. The Progress of studies on physical, chemical characters and determination of artemisinin [J]. *Acta Agric Univ Jiangxi* (江西农业大学学报), 1999, 21 (4): 606-611.
- [2] Zhong G Y, Zhou H K, Ling Y, *et al.* Investigation on ecological environment and quantitative analysis of artemisinin of sweet wormwood (*Artemisia annua*) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29(4): 264-267.

欧亚旋覆花中总黄酮的测定

耿红梅,张婧群*,王云志,王伟

(河北医科大学 新药开发研究室,河北 石家庄 050017)

欧亚旋覆花为菊科植物欧亚旋覆花 *Inula britannica* L. 的干燥头状花序,是一种传统的中草药,具有降气、消痰、行水、止咳的功效,收载于《中国药典》2005 年版^[1],但无定量测定项。目前报道的欧亚旋覆花的化学成分主要有黄酮类^[2,3]、倍半萜内酯和萜类化合物^[4],黄酮类化合物是一类生物活性较强的化合物,据报道欧亚旋覆花的抗氧化活性与其含有的黄酮有关^[5]。但有关欧亚旋覆花总黄酮的量测定未见报道。本实验对欧亚旋覆花总黄酮进行了测定,旨在为欧亚旋覆花的研究提供理论依据,也可用于欧亚旋覆花的质量控制。

1 仪器与试剂

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京

普析通用仪器有限责任公司);电热恒温水浴锅(北京市长风仪器仪表公司);BS210S 电子天平(北京赛多利斯天平有限公司);芦丁对照品由中国药品生物制品检定所提供(批号 0080-9504),其他试剂均为分析纯。

欧亚旋覆花采购于山西运城、河北安国、江苏、河南、甘肃、内蒙、新疆等地,经河北医科大学药学院生药教研室聂凤提教授鉴定为菊科植物欧亚旋覆花。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备:取 120℃减压干燥至恒重的芦丁对照品约 10 mg,精密称定,置 50 mL 量瓶中,加 95%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取 25 mL,置 50 mL 量瓶中,加 95%乙醇至刻度,摇

收稿日期:2005-05-30

基金项目:河北省自然科学基金资助项目(编号:303470)

作者简介:耿红梅(1968—),副主任药师,在读博士,从事新药研究与开发。

*通讯作者 张婧群 Tel:(0311)6266335 Fax:(0311)6052053 E-mail:xykf@hebm.u.edu.cn