

高效液相色谱-蒸发光散射法测定泽泻中 23-乙酰泽泻醇 B

巩丽萍, 王少云*, 侯 准, 桑立红

(山东大学药学院, 山东 济南 250012)

泽泻为泽泻科植物泽泻 *Alisma orientalis* (Sam.) Juzep. 除去须根及粗皮的干燥块茎, 在历代本草中均有记载,《中国药典》各版中也均有收载。泽泻具有利尿、降血脂、降血压等作用。临床主要用于治疗高血压、高脂血症、水肿胀满、小便不利等症^[1]。文献报道,泽泻醇是泽泻利尿和降血脂的有效成分之一^[2]。由于 23-乙酰泽泻醇 B (23-acetyl alisol B) 的量在泽泻中较高,故近几年有文献将其作为控制泽泻质量的指标性成分^[3,4],文献报道的 23-乙酰泽泻醇 B 的测定方法有薄层扫描法^[5]和高效液相色谱法^[3,4],后者多采用紫外末端吸收检测,紫外末端吸收作为检测方法时基线难平衡,测定中干扰大。蒸发光散射检测器 (ELSD) 为质量通用型检测器,具有灵敏度高、可进行梯度洗脱等优点,本实验建立了 HPLC-ELSD 法测定泽泻中 23-乙酰泽泻醇 B 的方法。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10AT 型高效液相色谱仪;美国 Alltech2000 蒸发光散射检测器;山东淄博宏润 HGF-30 空气压缩机;HS3120 型超声清洗机;23-乙酰泽泻醇 B 对照品购于南京中医药大学植物药深加工工程研究中心 (质量分数>98%);甲醇为色谱纯,水为二次蒸馏水。

泽泻样品购自福建、江西、广西等 4 个省、市的泽泻栽培地和中药店,经本院生药学教研室陈沪宁教授鉴定均为泽泻。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:Alltima C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-水 (84:16);体积流量:0.5 mL/min;柱温为室温;蒸发光散射检测器参数:漂移管温度为 60℃,雾化气体流速为 1.4 L/min。此条件下样品中的 23-乙酰泽泻醇 B 分离良好。对照液与样品的色谱图见图 1。

2.2 供试品溶液的制备:精密称取泽泻粉末 (过

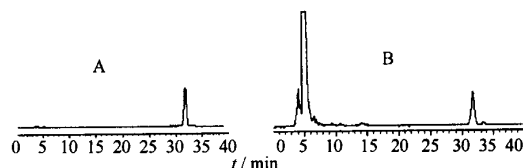


图 1 23-乙酰泽泻醇 B 对照品(A)和泽泻药材(B)色谱图

Fig. 1 Chromatograms of 23-acetyl alisol B (A) and *Rhizoma Alismatis* (B)

65 目筛)约 0.50 g 置 50 mL 具塞锥形瓶中,加甲醇 10 mL,超声提取 20 min,滤过;残渣加甲醇 10 mL 同法提取 (每次超声提取后称质量并补足减失的质量),滤过,合并滤液。过 0.45 μm 微孔滤膜,作为供试品溶液。

2.3 标准曲线的绘制:精密称取 23-乙酰泽泻醇 B 对照品适量,加甲醇制成 220 μg/mL 的溶液。精密量取对照品溶液 0.2、0.5、1.0、2.5、5.0 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀。分别精密吸取 20 μL 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积的对数值为纵坐标,质量浓度的对数值为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程:lgA=1.968 lgC+2.558, r=0.999 2,结果表明 23-乙酰泽泻醇 B 在 0.088~2.20 μg 线性关系良好。

2.4 精密度试验:取供试品溶液 20 μL,按上述色谱条件,重复进样 5 次,每次 20 μL,23-乙酰泽泻醇 B 峰面积的 RSD 为 0.60%。表明仪器的精密度良好。

2.5 重现性试验:取同一样品 5 份,精密称定,分别按 2.2 项下方法平行制备并按上述色谱条件测定峰面积,该样品中 23-乙酰泽泻醇 B 平均质量分数为 0.113%,RSD 为 1.30% (n=5)。

2.6 稳定性试验:取同一供试品溶液分别于 0.2、4、8、12、24 h 测定,23-乙酰泽泻醇 B 峰面积的 RSD 为 1.10% (n=6)。实验结果表明供试品溶液中 23-乙酰泽泻醇 B 在 24 h 内稳定。

2.7 加样回收率试验:精密称取泽泻粉末 (产地:

收稿日期:2005-07-12

作者简介:巩丽萍 (1979—),女,山东省淄博市人,在读硕士研究生,研究方向为中药材质量控制的研究。

E-mail: gongliping_lp@163.com

* 通讯作者 王少云 Tel: (0531) 8382010 E-mail: shaoyunw@sdu.edu.cn

福建建设, 23-乙酰泽泻醇 B 质量分数为 0.113%) 0.50 g, 共 9 份, 分别精密加入对照品溶液 (22.0 $\mu\text{g/mL}$) 0.5、2.0、3.5 mL, 按 2.2 项下方法制备并测定, 每份溶液重复进样 3 次, 平均回收率为 98.98%, RSD 为 1.10% ($n=9$)。

2.8 样品测定: 取不同产地的泽泻药材与饮片按 2.2 项下方法制备供试品溶液并按上述色谱条件测定, 用三点法 (4.4、22.0、110.0 $\mu\text{g/mL}$) 建立的随行标准曲线计算, 结果见表 1。不同产地泽泻药材中 23-乙酰泽泻醇 B 的平均质量分数为 0.140%, 饮片 中 23-乙酰泽泻醇 B 的平均质量分数为 0.062 6%。

表 1 不同产地泽泻中 23-乙酰泽泻醇 B ($n=3$)

Table 1 Content of 23-acetyl alisol B in *Rhizoma Alismatis* from different habitats ($n=3$)

样品	品名	产地	23-乙酰泽泻醇 B/%
1	泽泻饮片	福建	0.096
2	泽泻饮片	广西	0.044
3	泽泻饮片	四川	0.039
4	泽泻药材	福建建设	0.113
5	泽泻药材	福建龙海	0.100
6	泽泻药材	江西广昌	0.160
7	泽泻药材	江西广昌	0.162
8	泽泻药材	江西广昌	0.166

3 讨论

在样品溶液的制备中用正交试验法比较了不同溶剂 (甲醇、乙醇、丙酮、醋酸乙酯)、超声提取时间 (10、20、30、40 min) 和提取次数的提取效率, 最终确定甲醇 (每次 10 mL) 超声提取 2 次, 每次 20

min 提取效果最好。

本实验用 ELSD 对 23-乙酰泽泻醇 B 进行测定, 可以避免紫外末端检测时流动相带来的干扰。

本实验考察了甲醇-水-四氢呋喃 (75:22:3), 不同比例的甲醇-水、乙腈-水, 发现在甲醇-水 (84:16) 为流动相的条件下, 23-乙酰泽泻醇 B 与相邻峰的分离良好。测定结果表明: 不同产地泽泻中 23-乙酰泽泻醇 B 的量差异较大。药材与饮片中 23-乙酰泽泻醇 B 的量差异显著, 其原因有待于进一步研究。

References:

- [1] Xu H. Advances in research of pharmacological activities of *Rhizoma Alismatis Orientalitis* [J]. *J Hunan Tradit Chin Med* (湖南中医杂志), 2004, 20(3): 77-78.
- [2] Duan Q, Gong Q F, Wang S J, et al. Study on preparing process and quality standard for *Rhizoma Alismatis Orientalitis* [J]. *J Shaanxi Coll of Tradit Chin Med* (陕西中医学院学报), 2004, 27(3): 51-52.
- [3] Guo S H, Wu S S, Yang P K, et al. Determination of alisol B in *Rhizoma Alismatis Orientalitis* by thin-layer chromatography densitometry [J]. *J Fujian Coll Tradit Chin Med* (福建中医学院学报), 2003, 13(5): 23-25.
- [4] Wen H M, Peng G P, Chi Y M, et al. Quality standard study of *Rhizoma Alismatis*-determination of 2 alisol in *Rhizomes Alismatis* by HPLC [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1998, 18(6): 375-377.
- [5] Wang L X, Wu Q N, Peng G P. A study on determination of content of 23-acetyl alisol B in *Rhizoma Alismatis* [J]. *J Nanjing Univ Tradit Chin Med* (南京中医药大学学报), 2002, 18(3): 105-107.

我国不同产地牛至中麝香草酚和香荆芥酚的分析

刘红兵, 孙丽娟, 许汉林, 刘焱文*

(湖北中医学院, 湖北 武汉 430061)

牛至 *Origanum vulgare* L. 为唇形科牛至属多年生草本植物, 收载于《中国药典》1977 年版和 1993 年版《湖南中药材质量标准》, 主要分布于湖北、湖南、河南、新疆、甘肃、陕西及江南各省区, 欧亚、北非亦有分布^[1], 是一种分布广泛的植物品种。本品性凉, 味辛, 无毒^[2], 具有清热解表、利水消肿的功效。主治中暑、感冒、头痛身痛、急性胃肠炎、腹痛吐泻、水肿等症^[3]。牛至主要有效部位为挥发油类物

质, 其主要抗菌成分为香荆芥酚 (carvacrol) 和麝香草酚 (thymol)。湖北中医学院与湖北福人药业采取产、学、研结合的方式, 将中药牛至开发为原中药二类新药。为了保证牛至药材的质量, 本课题组于 2004 年对湖北、湖南、江西、安徽、河北、甘肃、浙江、云南、四川等 9 省 18 县市作现场实地调查, 采集标本与样品。并对所采集样品中有效成分香荆芥酚与麝香草酚进行测定, 为其质量控制提供有效的检测

收稿日期: 2005-09-30

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (30370148)

* 通讯作者 刘焱文 Tel: (027) 88920834 E-mail: ywliu@public.wh.hb.cn