

Crime Techni (刑事技术), 2003, 1: 15-16.

- [3] Huang J M, Guo J X, Sun M M, et al. The method for determination of Aconitum alkaloids in Aconitum kusnezoffii Reichb [J]. Chin Med Mater (中药材), 2002, 25(12): 878-

880.

- [4] Wu L X, Wen A P, Dang X J, et al. Determination of aconitine alkaloids by HPLC [J]. J Med Pharm Chin Minorit (中国民族医药杂志), 2003, 9(2): 36-37.

番石榴叶的质量标准研究

朱长福¹, 同利琪¹, 柯向梅¹, 王国振², 严玉平¹, 由会玲¹

(1. 河北医科大学, 河北 石家庄 050091; 2. 河北瑞生药业有限公司, 河北 石家庄 050085)

番石榴叶为桃金娘科植物番石榴 *Psidium guajava* L. 的干燥叶及带叶嫩茎。收载于《广西中药材标准》, 在布朗语称“麻果”。具有健胃消食、涩肠止泻、杀虫止痒、收敛止血的作用。番石榴具有很好的降低血糖作用和抗轮状病毒作用^[1,2]。原药材标准仅有来源及性状鉴别标准, 相关报道显微和薄层色谱鉴别研究^[3], 本实验研究薄层鉴别方法时发现采用方法比较好, 结果与其不同; 并进行槲皮素的测定方法研究, 以便有效控制药材质量。

1 仪器与试剂

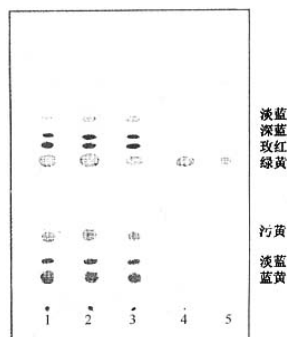
药材购于安国市杏林中药有限公司, 经河北省药品检定所牛小莲主任药师鉴定; KQ-250B 型超声波清洗器, 上海昆山, LC-10ATvp 高效液相色谱仪(岛津); UV-160A 型紫外-可见分光光度计(岛津); 槲皮素(批号 10081-9905, 中国药品生物制品检定所); 甲醇为色谱纯; 其余为分析纯。

2 薄层色谱鉴别

方法 1: 依照曾玉兰报道方法操作^[3], 称取番石榴叶粉末约 1 g, 加 70% 乙醇 20 mL, 再加盐酸 1 mL, 回流 2 h, 离取上清液作为供试品溶液; 另取槲皮素对照品, 加甲醇制成 0.02 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。分别吸取上述两种试液各 5 μ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素为黏合剂的硅胶 H 薄层板上, 以甲苯-氯仿-丙酮-甲酸(8:5:7:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以三氯化铝试液, 在紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照品相应的位置(Rf0.78)上, 显相同黄绿色荧光斑点, 与报道基本一致。

方法 2: 称取番石榴叶粉天约 0.3 g, 加甲醇 10 mL, 超声处理 25 min, 离取上清液, 蒸干, 加甲醇 1 mL 溶解作为供试品溶液; 另取槲皮素对照品, 加甲醇制成 0.02 mg/mL 的溶液作为对照品溶液。分别

吸取上述两种试液各 5 μ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-氯仿-丙酮-甲酸(8:5:7:1)为展开剂, 展开 9 cm, 取出, 晾干, 喷以氯化铝试液, 在紫外光灯(254 nm)下检视。供试品色谱中有 7 个斑点, 在与对照品相应的位置(Rf0.75)上, 显相同黄绿色荧光斑点, 在 Rf 0.17 处有一黄色荧光斑点, 在 Rf 0.25 处有一蓝色荧光斑点, 在 Rf 0.42 处有一污黄色荧光斑点, 在 Rf 0.83 处有一玫红色荧光斑点, 在 Rf 0.9 处有一蓝色荧光斑点, 在 Rf 0.95 处有一亮白色荧光斑点, 显示特征斑点, 分离效果较好。见图 1。



1~3 样品 4, 5 槲皮素
1—3-samples 4, 5-quercetinu
图 1 番石榴叶 TLC 图(254 nm)

Fig. 1 TLC Chromatogram of Folium Psidii (254 nm)

3 药材中槲皮素的测定^[4]

3.1 色谱条件与适应性: 色谱柱: C₁₈ (5 μ m, 250 mm $\times$ 4.6 mm, Intersil ODS-3, 6L Sciences Inc); 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 甲醇-0.5% 磷酸溶液(58:42)为流动相; 检测波长为 370 nm。理论板数按槲皮素峰计算, 应不低于 3 000。

3.2 溶液的制备: 精密称取槲皮素对照品, 加甲醇制成 0.103 mg/mL 的溶液, 作为母液备用; 取番石

榴叶粉末1g(过3号筛),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入含5%盐酸的甲醇溶液50mL,称定质量,超声处理45min,放冷,再称质量,用含5%盐酸的甲醇溶液补足损失的量,摇匀,滤过,即得。

3.3 线性关系考察:取上述对照品母液,用流动相分别稀释成5.15、10.3、20.6、41.2、103 $\mu\text{g/mL}$ 的对照品溶液。分别取20 μL 注入液相色谱仪,记录色谱图。以峰面积(Y)对槲皮素质量浓度(X)绘制标准曲线,回归方程为: $Y = 202\,920\,814 + 91\,943\,X$, $r = 0.999\,9$ 。结果表明槲皮素在0.103~4.12 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

3.4 灵敏度:取槲皮素对照品,加含5%盐酸的甲醇溶液溶解并逐步稀释,分别进样20 μL ,测得定量限为6.4 ng(信噪比10:1),检出限为1.6 ng(信噪比3:1)。

3.5 干扰性考察:取上述试液各20 μL ,分别进样,记录色谱图。槲皮素保留时间为11.45 min,分离度为4.8,无干扰。见图2。

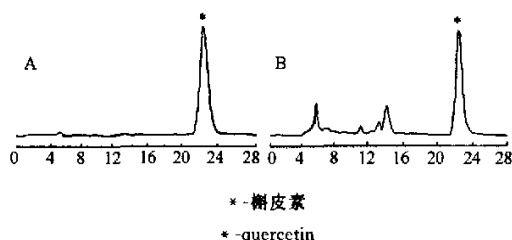


图2 槲皮素(A)和样品(B)HPLC图

Fig. 2 HPLC Chromatograms of quercetin (A) and sample (B)

3.6 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液20 μL ,在第0、2、4、6、8 h进样测定,记录色谱图,结果峰面积的RSD为0.24%,说明供试品溶液在8 h内基本稳定。

3.7 精密度试验:取供试品溶液,连续进样6次,结果槲皮素峰面积的RSD为0.17%。

3.8 重现性试验:取同一批番石榴叶药材样品6份,制备供试品溶液,按拟定的色谱条件测定,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,平均质量分数为0.614 mg/g, RSD为0.27%。

3.9 加样回收率试验:精密称取番石榴叶药材样品6份,各约0.5 g,精密加入槲皮素对照品,按上述供试品溶液制备方法操作,拟定的色谱条件测定,计算加样平均回收率为93.6%, RSD为1.61% ($n=6$)。

3.10 样品的测定:照上法测定3批药材(M0301、M0302、M0303),每批测定2次,槲皮素质量分数分别为0.383%、0.194%、0.252%。测定结果表明,3批药材的量相差很大。

4 讨论与结论

薄层鉴别两法相比,方法2用甲醇提取、硅胶G板、检视波长为254 nm,比方法1简便,有色斑点多而艳丽,分离效果好;槲皮素的HPLC测定方法报道较多,较成熟,用于该药材的量测定法经过适当改进,方便可靠。所以,本实验的薄层鉴别及定量测定法,适用于番石榴叶药材的质量控制。

References:

- [1] Wei L B, Lu R H, Chen B T. Folium Psidii's against rotavirus in vitro action [J]. *World Chin J Digest* (世界华人消化杂志), 1999, 7(10): 895-897.
- [2] Xing J B, Shui C H, Liu Y. Determination of quercetin in the *Herba Euphorbiae Humifusae* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2002, 27(10): 758-760.
- [3] Zeng Y L. Microscopical and TLC identification of *Folium Psidii* [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2002, 25(8): 552-553.
- [4] Jiang W K, Wang L, Zhou T. Quantitative determination of quercetin in Naoxinging Tablets by HPLC [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form* (中国实验方剂学杂志), 2004, 10(5): 12-13.

《中草药》杂志被确认为允许刊载处方药广告的第一批医药专业媒体

据国家药品监督管理局、国家工商行政管理局和国家新闻出版总署发布的通知,《中草药》杂志作为第一批医药专业媒体,允许发布“粉针剂、大输液类和已经正式发文明确必须凭医生处方才能销售、购买和使用的品种以及抗生素类的处方药”广告。

电话:(022)27474913 23006821 传真:23006821 联系人:陈常青