表 1 不同产地大蒜挥发油中二烯丙基二硫和二烯丙基三硫的测定结果(n=3)

Table 1 Determination of diallyl disulfide and diallyl trisulfide in *A. stativam* from different habitats (n=3)

编号	产地	规格	外皮颜色	采收期	二烯丙基二硫/%	二烯丙基三硫/%	二烯丙基二硫和二烯丙基三硫/%
1	山东金乡	大	紫(白)皮	6月初	20.33	39.06	59.39
2	山东苍山	小	白皮	6月初	17.33	44.47	61.80
3	陕西西安	中	紫皮	5月末	21.71	36.43	58.14
4	北京顺义	小	紫皮	6月上旬	17.87	35.84	53.71
5	江苏盐城射阳	小	白皮	7月	22.45	49.18	71.63
6	南京江宁	大	紫(白)皮	6月	16.99	34.57	51.56
7	安徽合肥肥东	中	白皮	7月	18.20	35.65	53.85
8	河北承德双峰寺	大	紫(白)皮	6月下旬	18.91	33.84	52.75
9	黑龙江阿城	小	紫皮	8月	21.40	42.33	64.27
10	新疆伊宁	大	紫皮	7月下旬	19.48	34.86	54.34
11	甘肃兰州	中	紫皮	8月	21.83	45.16	66.99
12	云南曲靖麒麟越州镇	中	紫(红)皮	5月末	22.61	52.46	75.07
13	河南中牟	大	紫(白)皮	6月上旬	19.39	36.83	56.89
14	河南郑州	大	紫(白)皮	6月上旬	18.27	37.74	56.01

3.2 以往大蒜油制剂中有效成分测定方法有氧瓶燃烧法、生物检定法、薄层色谱法、气相色谱法和高效液相色谱法[1,2]，但这些方法中检测指标仅为二烯丙基三硫，为更科学地体现大蒜油的质量，本实验采用 HPLC 法，在一个系统内实现对二烯丙基三硫和二烯丙基二硫两个成分的测定，该法简便、灵敏、准确，多成分定量更加科学。

3.3 从全国 14 个不同产地大蒜提取的大蒜油中有效成分测定结果可以看出，由于大蒜产地、采收期、农家栽种品种不同，其大蒜油的质量相差很大，二烯丙基三硫和二烯丙基二硫两个成分总质量分数在 51.56%～75.07%，较高的品种如云南曲靖麒麟越州镇产大蒜和江苏盐城射阳产大蒜，其外皮的颜色不同，蒜个头大小也不一样。由此看出，要保证提取蒜油的质量好，不能仅从大蒜的外皮颜色、蒜大小来判断，必须筛选产地与品种，并进行定量测定。

References:

[1] Yin J. *Modern Research and Clinical Application of Chinese Materia Medica* (中药现代研究与临床应用) [M]. Vol 1. Beijing: Academy Press, 1993.

[2] Zheng H Z. *Modern Research and Application of Chinese Materia Medica* (中药现代研究与应用) [M]. Vol 1. Beijing: Academy Press, 1998.

[3] Shen L C. Study of chemical constituents and quality of essential oil from *Allium sativum* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1993, 24 (2): 66-68.

HPLC 法测定蝙蝠葛酚性碱片中蝙蝠葛碱

史自东，刘 博

(湖北省医药工业研究院，湖北 武汉 430061)

蝙蝠葛酚性碱片是由从蝙蝠葛 *Menispermum dauricum* DC. 干燥根茎中提取的以蝙蝠葛碱为主的酚性生物碱制成的片剂，具有活血化瘀，行气止痛，扩张冠脉血管，改善心肌缺血作用，用于预防和治疗冠心病，心绞痛以及瘀血内阻之胸痹、眩晕、气短、心悸，胸闷或痛等病症。在前期研究[1,2]基础上，本实验采用高效液相色谱法测定了蝙蝠葛碱，以期为建立该制剂科学合理的质量控制方法提供依据。

1 仪器与试剂

美国光谱物理公司 SP2000 泵，UV1000 紫外检测器，N2000 色谱工作站，AS3120 超声波处理器。蝙蝠葛酚性碱片、蝙蝠葛碱对照品(质量分数＞99.3%)由华中科技大学同济医学院提供。其他试剂均为分析纯，水为双蒸馏水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件：Inertsil ODS-3 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm)；流动相：乙腈-水-磷酸-三乙胺(15∶85∶0.2∶0.2)；检测波长为 279 nm；体积流量：1.5 mL/min；柱温：室温。

2.2 对照品溶液制备：精密称取蝙蝠葛碱对照品 15 mg，置 100 mL 量瓶中，加流动相适量，超声处理使溶解，放至室温，加流动相稀释至刻度，摇匀，即得。

2.3 供试品溶液的制备：取本品 10 片，精密称定，研细，取约 0.1 g，置 100 mL 量瓶中，加流动相适量，超声处理 30 min 使溶解，放至室温，加流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，取续滤液，即得。

2.4 标准曲线制备：取蝙蝠葛碱对照品 10.07 mg，置 10 mL 量瓶中，加流动相使溶解，并稀释至刻度，

收稿日期：2006-02-07

摇匀。精密吸取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 置 10 mL 量瓶中，加流动相稀释至刻度，摇匀。按上述色谱条件测定峰面积。以峰面积积分值为纵坐标，蝙蝠葛碱进样量为横坐标，绘制标准曲线，得回归方程 $Y=3\ 348\ 626.22\ X-142\ 520.0$，$r=0.999\ 9$。表明蝙蝠葛碱在 1.0～5.0 μg 与峰面积呈良好线性关系。

2.5 精密度试验：取供试品溶液，重复进样 5 次，测定峰面积，结果蝙蝠葛碱峰面积的 RSD 为 0.33%。

2.6 重现性试验：取批号 20010202 蝙蝠葛酚性碱片约 0.1 g，共 6 份，制备供试品溶液，分别进样 20 μL，测定，结果蝙蝠葛碱质量分数 RSD 为 0.88%。

2.7 稳定性试验：取同一供试品溶液分别在 0、1、2、4、6、8 h 精密吸取 20 μL 注入液相色谱仪中测定。结果表明，供试品溶液在 8 h 内稳定性良好，其中蝙蝠葛碱峰面积的 RSD 为 0.86%。

2.8 回收率试验：精密称取含蝙蝠葛碱 194.82 mg/g 样品 0.1 g，共 6 份，分别加入 4.03、4.11、8.05、8.09、11.87、12.04 mg 蝙蝠葛碱对照品，制备供试品溶液，在上述试验条件下进样测定，计算回收率。结果平均回收率为 97.26%，RSD 为 0.89%（$n=6$）。

2.9 样品测定：取批号为 200010311、20010315、20010318 的蝙蝠葛酚性碱片 0.1 g，精密称定，制备供试品溶液，在上述色谱条件下进样，测定，按外标法计算，结果蝙蝠葛碱的质量分数分别为 57.60、56.16、55.88 mg/片（$n=3$）。

3 讨论

考察提取溶剂时，曾对甲醇、流动相进行了比较，发现超声处理相同时间一致，但用甲醇溶解样品时溶剂峰较大，故选择用流动相超声溶解样品。曾对超声时间进行了考察，发现超声处理 20 min 后，蝙蝠葛碱质量分数稳定，可认为对蝙蝠葛碱基本被提取完全，故选择超声处理 30 min。

采用 UV-2000 紫外分光光度计对蝙蝠葛碱在 200～400 nm 波长进行扫描，结果在 279 nm 波长处有最大吸收，故选择 279 nm 作为检测波长。

流动相为乙腈-水-磷酸-三乙胺（15∶85∶0.2∶0.2），蝙蝠葛碱与其他杂质峰达到基线分离。

本实验所建方法简单易行、重现性好，测定蝙蝠葛酚性碱片中蝙蝠葛碱，具有很强的实用性，为蝙蝠葛酚性碱片质量控制提供了一个可靠的方法。

References:

[1] Chen S J, Xiao Z. RP-HPLC Analysis of several alkaloids of *Menispermum dauricum* D C. from different district [J]. *Chin J Pharm Anal* (药物分析杂志), 1999, 19 (2): 79-81.

[2] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol Ⅰ. 2005.

金钱草总黄酮提取工艺研究

王宇杰，孙启时，曹 林

（沈阳药科大学中药学院，辽宁 沈阳 110016）

金钱草为报春花科珍珠菜属植物过路黄 *Lysimachia christinae* Hance 的新鲜或干燥全草，清利湿热，通淋，消肿，用于热淋，沙淋，尿涩作痛，黄疸尿赤，痈肿疔疮，毒蛇咬伤，肝胆结石，尿路结石[1]。金钱草含有酚性成分、黄酮类、苷类、鞣质、挥发油、氨基酸、胆碱、甾醇、氯化钾、内酯类等成分。其中，以黄酮类成分的研究较为深入。因此，本实验以总黄酮和浸膏得率为考察指标，对金钱草总黄酮的最佳提取工艺进行研究。

1 仪器与试药

721B 型分光光度计（上海第三分析仪器厂），电子天平（沈阳龙腾称量仪器有限公司）。

芦丁对照品（自制，HPLC 测定质量分数 98.0%以上），所用试剂均为分析纯。

金钱草购于四川，经沈阳药科大学孙启时教授鉴定为报春花科珍珠菜属植物过路黄 *L. christinae* Hance。

2 方法与结果

2.1 总黄酮的测定

2.1.1 对照品溶液制备：精密称取芦丁对照品适量，加蒸馏水制成 0.204 mg/mL 对照品储备液。

2.1.2 供试品溶液制备：将各正交试验所得提取液合并，回收滤液，定容至 1 000 mL 量瓶中，精密移取 2 mL 定容至 10 mL 量瓶中备用。

收稿日期：2005-11-18

作者简介：王宇杰（1978—），女，吉林长春人，硕士研究生。Tel：（024）23986468