

A 没能检测到,这与甘草的种类有关^[5]。

本实验建立了甘草废渣及甘草药材中甘草查耳酮 A 的定量方法,测定了不同甘草废渣样品中甘草查耳酮 A 的量,为甘草废渣的回收再利用提供了科学的依据。

References:

- [1] Zhou J H, Wu W P, Sun W J. Progress in studies of flavonoid compounds of licorice [J]. *Drug Stand of China* (中国药品标准), 2004, 5(1): 10-13.

- [2] Wang B, Li H T, Miao M, *et al.* Extract technology of glycyrrhiza flavonoids from licorice [J]. *J Zhengzhou Inst Technol* (郑州工程学院学报), 2004, 25(3): 61-63.
- [3] Gao H X, Shao S H, Wang G Q. Developmet of the Chinese Licorice [J]. *J Jinggangshan Med Coll* (井冈山医学学报), 2004, 11(5): 8-11.
- [4] Wang X L, Chang Y, Chang Y H. Study of extracting technics of glycyrrhizic acid [J]. *Appl Sci Technol* (应用科技), 2001, 28(12): 46-48.
- [5] Zeng L, Lou Z C, Zhang R Y. Quality evaluation of Chinese licorice [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1991, 26(10): 788-793.

RP-HPLC 法测定云南柃栎树皮中白杨素

台海川

(西双版纳州食品药品检验所,云南 景洪 666100)

柃栎树皮是蔷薇科植物云南柃栎 *Docynia delavayi* (Franch.) Schneid. 的茎皮^[1],性味酸涩、凉,有消炎、收敛、接骨之功效,在西双版纳傣医中常作为治疗烧烫伤、骨折之药用。云南柃栎树皮中含有多种黄酮类化合物^[2],白杨素是其主要组成成分,目前还没有文献报道对云南柃栎树皮中的白杨素进行定量测定。本实验采用 HPLC 法测定其中白杨素的量,并考察了方法学。试验结果表明,该法专属强、准确性高。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC—10ATvp 高效液相色谱仪,日本岛津 SIL—10Avp 自动进样器,日本岛津 SPD—10Avp 紫外检测器,日本岛津 Class—VP 6.12 工作站;岛津 UV—2401PC 紫外可见分光光度计;YB—Z 真空恒温干燥箱(天津药典标准仪器厂)。

白杨素对照品(美国进口,上海中标君达有限公司分装,质量分数为 99.26%,批号:20060602)。乙腈为色谱纯,其余试剂为分析纯。云南柃栎树皮药材由西双版纳州民族医药研究所提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性考察:色谱柱为 Shim-pack C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5.0 μm);流动相:乙腈-0.4% 磷酸(35:65);体积流量:1 mL/min;检测波长:269 nm;柱温:30 ℃;进样量:10 μL;理论板数以白杨素峰计大于 6 000;白杨素峰与最近峰的分

分离度大于 1.5。色谱图见图 1。

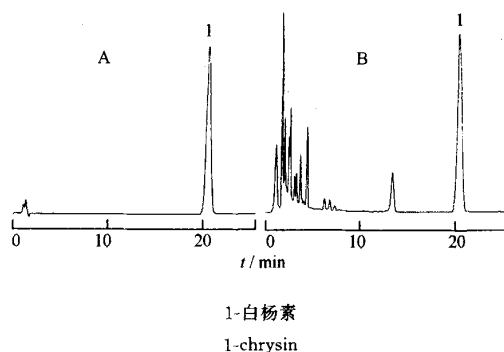


图 1 对照品(A)和样品(B)的色谱图

Fig. 1 Chromatograms of reference substance (A) and sample (B)

2.2 对照品溶液的制备:精密称取经 40 ℃、24 h 真空恒温五氧化二磷干燥的白杨素对照品适量,用甲醇制成 604.8 μg/mL 的对照品储备液。取对照品储备液 5 mL 置于 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,制得 60.48 μg/mL 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:精密称取本品粉末 0.5 g,置回流瓶中,加甲醇 50 mL,超声 30 min,放置过夜,再超声 5 min,加 25% 盐酸溶液 5 mL,回流 60 min,放冷,转移至 100 mL 量瓶中,并加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取滤液作样品溶液。

2.4 线性关系考察:取对照品储备液适量,加甲醇配制得 0.604 8、6.048、24.19、60.48、121.0、

收稿日期:2006-03-31

作者简介:台海川(1972—),男,云南景洪市人,云南省西双版纳州食品药品检验所,执业药师、主管药师,1992 年云南大学化学系毕业,主要从事药品检验、药品质量控制和民族植物药研究。

Tel: (0691) 2161335 Fax: (0691) 2160404 E-mail: thch66@126.com, Thch@bn.yn.cninfo.net

302.4、604.8 $\mu\text{g/mL}$ 的对照品溶液,摇匀。分别吸取上述溶液进样 10 μL ,以进样量为横坐标 (X),峰面积积分值为纵坐标 (Y),进行线性回归,回归方程: $Y=62\ 361\ X-167\ 296$, $r=0.999\ 8$,线性范围为 0.006 048~6.048 μg 。

2.5 精密度试验:精密吸取白杨素对照品溶液 10 μL ,重复进样 5 次,测定白杨素峰面积, RSD 为 0.61%;精密吸取样品溶液 10 μL ,重复进样 5 次,测定白杨素峰面积, RSD 为 1.6%。

2.6 重现性试验:取同一批样品,精密称取 7 份,制备供试液,测定白杨素的量, RSD 为 2.7%。

2.7 稳定性试验:取对照品溶液于 0、2、4、6、8、10、12、16、20、24 h 进样,测定 10 次,白杨素峰面积的 RSD 为 1.6%,表明在 24 h 内基本稳定。

2.8 回收率试验:取已测定量的样品 6 份,各精密加入白杨素 6.048 mg,按样品分析方法操作,计算平均回收率为 97.10%, RSD 为 2.1%。

2.9 白杨素测定:取 7 批样品制备供试品溶液, HPLC 法测定白杨素峰面积积分值,按外标法计算,测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of samples ($n=3$)

批号	白杨素/%	RSD/%
1	1.490	1.43
2	1.404	0.87
3	1.380	0.68
4	1.460	0.38
5	1.473	1.24
6	1.442	0.93
7	1.416	1.52

3 讨论

3.1 流动相的选择:本试验曾比较了以甲醇-0.4% 磷酸、乙腈-0.4% 磷酸、乙腈-0.5% 醋酸、乙腈-水作流动相系统。经试验比较,以乙腈-0.4% 磷酸作流动相系统时峰形和分离效果最好。

3.2 波长选择:取白杨素对照品经 UV 法扫描,可知在 213、269、313 nm 处有最大吸收,吸收强度由强至弱依次为 213、269、313 nm。213 nm 处 UV 吸收虽最强但已处于溶剂末端吸收,269 nm 处吸收强度略弱于 213 nm 处,但是 313 nm 处的 2 倍多,因此以 269 nm 作为试验的测定波长。

3.3 提取条件的选择:试验曾比较了 3 种提取方法:a. 本试验法;b. 索氏提取器氯仿提取 6 h 再水解;c. 超声 30 min,滤过,定量取续滤液,再水解,结果 a 法提取率略高于 b 法,c 法最低。考虑 a 法实验成本较低,操作较为简便,本试验选用 a 法提取,a 法提取溶液中成分虽较为复杂,但白杨素极性较弱,出峰时间较长,在本试验分离条件下,白杨素峰前后无干扰峰,且白杨素后 30 min 内无其他峰。

3.4 本试验以 RP-HPLC 法测定柞木树皮中白杨素的量,分离效果好、重现性好、定量准确,为建立以白杨素为指标评价柞木树皮质量提供了依据。

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1977.
- [2] Guan Z, Tan S D, Su J Y, et al. Studies on flavone constituents of *Docyniadelavayi* (Franch.) Schneid. [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 2000, 12(3): 34-37.

天山药用植物轮叶马先蒿的生物学特性研究

于建梅^{1,2}, 胡玉昆^{1*}, 李凯辉^{1,2}, 马孝慧³

(1. 中国科学院新疆生态与地理研究所, 新疆 乌鲁木齐 830011; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100039;

3. 甘肃省康乐县农林局, 甘肃 康乐 731500)

马先蒿属 (*Pedicularis* L.) 植物药用种类繁多, 历史悠久。早在《神农本草经》《本草纲目》《本草纲目拾遗》等中药典籍中, 就有关于该属植物的记载。轮叶马先蒿 *Pedicularis verticillata* L. 又名土人参, 为玄参科马先蒿属植物, 其根入药, 性温味甘, 微

苦, 大补元气, 生津安神, 强心。多用于治疗气血虚损、疲劳多汗、虚脱衰竭、血压降低等症状^[1]。

巴音布鲁克地处天山中段, 分布着大量的轮叶马先蒿, 其资源丰富, 有着较大的开发潜力。鉴于轮叶马先蒿具有很高的药用价值^[2], 应用前景广阔, 本

收稿日期: 2006-01-24

基金项目: 新疆科技厅攻关计划项目 (200533122); 新疆巴音郭楞蒙古自治州科技重大项目 (20054046)

* 通讯作者 胡玉昆 E-mail: huyk@ms.xjb.ac.cn