

有待进一步研究。

References:

[1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific

and Technical Publishers, 1986.

[2] Wang Q, Xu G J. *Photo Standard for Chinese Genuine Crude Drugs* (道地药材图典·三北卷) [M]. Vol 3. Fuzhou: Fujian Scientific and Technical Publishing House, 2003.

[3] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol I. 2005.

RP-HPLC 法测定不同采收期白花丹中白花丹醌

刘 圆, 刘 超

(西南民族大学少数民族药物研究所, 成都 四川 610041)

在云南傣族、苗族、彝族、红河州金平县哈尼族的民间使用一种叫“辣毒”的草药, 药材称白花丹。为蓝雪科植物白雪花 *Plumbago zeylanica* L. 的全草及根, 在民间广泛用于治疗皮肤瘙痒、手脚癣、牛皮癣、皮肤无名肿毒、跌打损伤、妇女产后流血不止、某些恶性疾病(癌症)等, 疗效确切, 但多食中毒, 可出现麻痹等, 须久煎 2~4 h; 对孕妇会引起流产; 孕妇忌服; 接触本品汁液可引起皮肤红肿、脱皮^[1]。主产于滇南、滇西、滇西南地区^[1]。目前关于白花丹的研究资料表明白花丹的根、茎、叶、花均有入药使用。含有效成分多种, 如含白花丹醌、 β -谷甾醇、香草酸、白花丹酸等^[1~5], 其中主要成分是白花丹醌, 它的活性主要是抗白血病、抗癌(肝癌)、抗菌、抗生育、祛痰等, 对心血管也有一定的作用^[5]。

目前尚未查阅到对白花丹药材不同采收期进行系统研究的相关资料。植物的不同生长发育阶段, 其有效成分积累有差异, 为更科学、合理和有效地利用该药材, 本实验拟采用白花丹药材中白花丹醌的量作为评价指标考察最佳采收期; 作者前期研究表明^[6], 白花丹药材中不同药用部位中白花丹醌的量以根中最高, 因此所有样品均采用根比较。

1 材料与试剂

Waters 2695 高效液相色谱仪, Waters 2696 检测器, Empower Pro 色谱工作站; METTLER AE240 双量程分析天平(梅特勒-托利多仪器有限公司)。药材于 2004 年 1 月至 2005 年 12 月采于云南省红河州金平县沙依坡乡独家村, 由刘圆副教授鉴定为白花丹; 对照品自制, 经检验质量分数达到 98% 以上。甲醇为色谱纯, 水为二次蒸馏水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Kromasil C₁₈ 柱 (200 mm × 4.6 mm, 5 μ m), 柱温 30 $^{\circ}$ C。流动相为甲醇-水溶液 (65:35), 检测波长 213 nm, 体积流量 1 mL/min。白花丹醌峰形对称、尖锐, 理论塔板达 13 000, 考虑到不同仪器、色谱柱的性能可能存在差异, 故确定理论板数应不低于 5 000。色谱图见图 1。

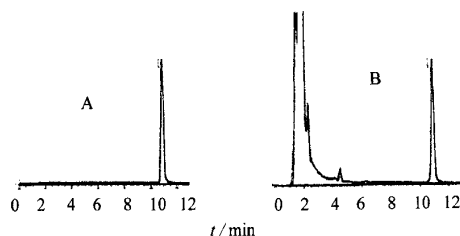


图 1 白花丹醌 (A) 和样品 (B) HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of plumbagin (A) and sample (B)

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取白花丹醌 1.04 mg, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 配制成 0.010 4 mg/mL 的溶液, 摇匀, 过 0.45 μ m 滤膜, 取续滤液作为对照品样品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 称取白花丹药材根粉末约 0.25 g, 精密称定, 置 50 mL 圆底烧瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 回流提取 60 min, 取出, 冷却至室温, 滤过, 滤液加甲醇补足减少部分并定容至 25 mL, 取滤液 5 mL 定容至 100 mL, 摇匀, 过 0.45 μ m 滤膜, 取续滤液作为供试品溶液。

2.4 线性关系的考察: 取对照品溶液, 分别进样 2、4、6、8、10 μ L, 各进样 3 次。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 回归方程为

收稿日期: 2006-10-25

基金项目: 四川省青年科技基金 (2007), 四川省教育厅教育教学改革项目 (2005)

作者简介: 刘 圆 (1968—), 女, 西南民族大学少数民族药物研究所副教授, 博士, 从事民族药及中药的教学科研工作。

Tel: (028) 85522263 (co) 13808091609 (手机) E-mail: yuanliu321@126.com

$Y = -14.29 + 9138.9X$, $r = 0.9999$ 。结果表明白花丹醌在 0.020 8~0.104 μg 峰面积与进样量具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取对照品溶液 (0.010 4 mg/mL) 10 μL 注入液相色谱仪器,重复进样 5 次,测得峰面积, $\text{RSD} = 0.35\%$,表明精密度良好。

2.6 稳定性试验:样品溶液于配制完成时即避光放置,间隔 4 h 重复进样,共 6 次。测得峰面积积分值, $\text{RSD} = 0.12\%$,表明对照品溶液避光放置在 20 h 内保持稳定。

2.7 重现性试验:称取白花丹药材(根)样品 5 份,每份约 1 g,制备供试品溶液并进行测定,计算药材根中白花丹醌的量。结果 5 份平均质量分数 0.051 3%, $\text{RSD} = 0.33\%$,表明本法具有较好的重现性。

2.8 加样回收试验:精密称取已测定量的药材(根)样品约 1 g,分别加入白花丹醌对照品溶液 (0.010 4 mg/mL) 1、2、3 mL,按供试品溶液制备及测定,计算回收率。结果 6 份样品平均回收率 98.7%, $\text{RSD} = 1.9\%$ 。

2.9 样品测定:取不同采收期的白花丹根样品,按供试品溶液处理方法处理。分别进行白花丹醌的测定,结果如表 1。

表 1 样品测定结果 ($n=3$)

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

样品号	药材采收期/月	白花丹醌/%	样品号	药材采收期/月	白花丹醌/%
1	1	0.126 4	7	7	0.351 0
2	2	0.528 9	8	8	0.392 8
3	3	0.346 8	9	9	0.213 1
4	4	0.314 6	10	10	0.331 2
5	5	0.332 9	11	11	0.197 7
6	6	0.195 6	12	12	0.234 3

3 讨论

3.1 本实验对白花丹有效成分的提取条件、检测波长、色谱分离条件等方面进行了探索,实验结果表明本实验方法提取到的白花丹醌量较高,用 RP-HPLC 法作为白花丹药材中白花丹醌量的测定,方法准确度、重现性好,而且简便、快速、可靠,可作为白花丹药材的质量控制方法。

3.2 从本实验结果表明,白花丹药材不同采收期中白花丹醌的量 2 月最高,3~5 月、7、8、10 月均稳定在较高水平,6、11、12 月均较低,从 9 月到次年 1 月有下降的趋势;实验结果规律不是太明显,可能与采样为野生药材,很难确定其准确的生长年限有关。

3.3 考虑到该药材为多年生蔓生亚灌木状草本植物,在所采样品的产地除 1~2 月其植株的下部有落叶现象外,基本上四季生长良好,花期 9~10 月,因此笔者认为若以根入药,建议在花前期采收较好。

3.4 可考虑规范化种植后再用本方法对白花丹的最佳采收期进行进一步研究,并得出更为准确、可靠的结论。

References:

- [1] Song L R, Hong X, Ding X L. *Large Dictionary of Modern Chinese Medicine*. [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2001.
- [2] Zhao H, Chang H J. The treatment of 62 case of body ringworm and buttocks ringworm with *Plumbago zeylanica* [J]. *J Extern Ther Tradit Chin Med* (中医外治杂志), 2003 (3): 27.
- [3] Su W R. Observation of effect on the treatment of 50 case of pruritus of skin with *Plumbago zeylanica* [J]. *Chin J Ethnomed Ethnopharm* (中国民族医药杂志), 1996, 19: 27.
- [4] Lin J, Zhong E X. The treatment of 30 case of bone joint diseases with compound and powder [J]. *Railway Med J* (铁道医学), 2001, 29(5): 344.
- [5] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Constituents in Phytomedicine* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.
- [6] Liu Y, Deng F, Liu C, et al. Determination of plumbagin in different parts of *Plumbago zeylanica* by RP-HPLC [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2006, 31(20): 1684-1686.

高效液相色谱法测定蜜甘草中槲皮素

吴冬梅

(河南省中医院,河南 郑州 450002)

蜜甘草为大戟科叶下珠属蜜甘草 *Phyllanthus matsumurae* Hayata 的干燥全草,具有清肝、明目、健胃、止痢、渗湿的功效^[1],槲皮素是蜜甘草中黄酮类化合物的主要成分之一^[2],具有抗自由基、抗氧

化、抗菌、抗癌防癌^[3~5]、抗病毒等^[6,7]多种药理作用和生物活性^[8]。蜜甘草中槲皮素的测定方法还没有报道,笔者用 HPLC 法测定槲皮素的量,优选出比较好的提取方法和分离条件,以控制蜜甘草中槲皮