

- 342.
- [2] Lee T K, Lee D K, Kim D I, *et al.* Inhibitory effects of *Scutellaria barbata* on human uterine leiomyoma smooth muscle cell proliferation through cell cycle analysis [J]. *Int Immunopharmacol*, 2004, 4(3): 4472-4541.
- [3] Sato Y, Uzuki S, Nishikawa T, *et al.* Phytochemical flavones isolated from *Scutellaria barbata* and antibacterial activity against methicillin resistant *Staphylococcus aureus* [J]. *J Ethnopharmacol*, 2000, 72(3): 4832-4881.
- [4] 汤新铭, 孙桂芝. 乌头碱抑癌及抗转移的研究与治癌的观察 [J]. 北京中医杂志, 1986(3): 27-28.
- [5] 王景毅, 车金峰. 乌头注射液治疗肝癌临床疗效分析 [J]. 黑龙江中医药, 2001(6): 29-30.
- [6] Dai S J, Tao J Y, Liu K, *et al.* Neo-Clerodane diterpenoids from *Scutellaria barbata* with cytotoxic activities [J]. *Phytochemistry*, 2006, 67(13): 1326-1330.

RP-HPLC 法测定番石榴叶中番石榴苷¹

严海^{1,2}, 王力生², 周艳林², 邹节明^{2*}

(1. 武汉大学药学院, 湖北 武汉 430072; 2. 桂林三金药业股份有限公司, 广西 桂林 541004)

摘要:目的 用 HPLC 法测定番石榴叶中番石榴苷的量。方法 选用 YMC-JM C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.2% 磷酸溶液(36:64), 检测波长为 257 nm, 柱温为 40 ℃。结果 番石榴苷在 0.787 ~ 11.805 μg 与峰面积具有良好的线性关系($r=0.9999$), 平均回收率为 99.02%, RSD 为 1.21%。结论 建立的定量方法可以用于药材的质量控制。

关键词: 番石榴叶; 番石榴苷; HPLC

中图分类号: R286.02

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2008)02-0282-02

番石榴叶为桃金娘科植物番石榴 *Psidium guajavae* L. 的干燥叶^[1], 收载于《广西药材标准》。原标准只有来源及性状鉴别, 相关报道有显微、薄层色谱鉴别^[2]以及槲皮素量的测定^[3]。槲皮素为苷元, 通常需要水解。因为重现性不理想, 国家药典委员会不提倡使用分解或降解产物做指标进行测定。因此, 本研究从番石榴叶中分离得到番石榴苷, 建立番石榴苷 HPLC 测定方法, 以便更有效地控制药材质量。

1 仪器与材料

Waters 2695 色谱仪, Waters 2996 检测器; Empower 色谱工作站。AG245 电子天平(梅特勒-托利多公司)。超声波清洗器(必能信上海公司)。番石榴苷对照品(自制, 质量分数为 99.07%), 番石榴叶药材购自广西桂林药材站, 经桂林三金业股份有限公司钟小清鉴定为桃金娘科植物番石榴 *P. guajavae* L. 的干燥叶。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性: YMC-JM C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 4 μm), 流动相: 甲醇-0.2% 磷酸溶液(36:64), 检测波长 257 nm, 柱温: 40 ℃。理论板数以番石榴苷峰计不低于 4 000。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取番石榴苷对照品适量, 加甲醇制成 0.05 mg/mL 的溶液, 即得。

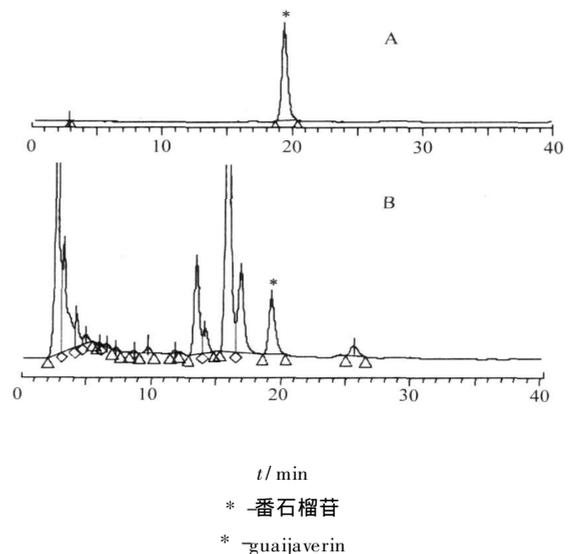


图 1 番石榴苷对照品(A)和番石榴叶药材(B)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of guaijaverin reference substance (A) and *Folium Psidium Guajavae* (B)

2.3 供试品溶液的制备: 取本品粗粉 2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定质量, 超声处理(功率 250 W, 频率 25 kHz) 30 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 滤过, 取续

¹ 收稿日期: 2007-05-09

作者简介: 严海(1978-), 男, 武汉大学在读硕士, 研究方向为天然药物化学。

* 通讯作者 邹节明 Tel: (0773) 5842588 E-mail: Sanjin@gl.gx.cmnfo.net

表1 样品测定结果($n=3$)Table 1 Determination results of samples ($n=3$)

| 批号 | 番石榴苷/(mg·g ⁻¹) | RSD/% |
|----|----------------------------|-------|
| 1 | 7.47 | 0.92 |
| 2 | 4.31 | 1.21 |
| 3 | 5.23 | 1.04 |

曾以甲醇-水(36:64)、甲醇-0.2%磷酸溶液(36:64)、甲醇-0.2%冰醋酸溶液(36:64)为流动相进行试验,结果以甲醇-0.2%磷酸溶液(36:64)为流动相,番石榴苷与其他组分色谱峰达到较好分离。以番石榴苷对照品溶液进行紫外(200~400 nm)扫描,在360、257 nm处均有吸收,经实验结果证明番石榴苷在257 nm处吸收较强,且分离效果良好,故选择257 nm作为检测波长。

样品用甲醇溶解,分别考察回流提取、索氏提取及超声提取的效果。结果表明,样品用甲醇超声提取30 min效果较好,方法操作简便,番石榴苷提取完全。番石榴苷可溶于甲醇、乙醇等溶剂,因此采用70%甲醇、70%乙醇、甲醇超声提取30 min比较。结果表明,用甲醇超声提取效果最佳,番石榴苷提取完全。

通过本实验建立了HPLC测定番石榴叶药材中番石榴苷量的方法,该方法准确、可靠。但是由于时间的关系,采集的药材批数有限,所以该方法只做方法学研究。

参考文献:

- [1] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[M]. 南宁: 广西科学与技术出版社, 1992.
- [2] 曾玉兰. 番石榴叶的显微与薄层色谱鉴别[J]. 中药材, 2002, 25(8): 552-553.
- [3] 朱长福, 同利琪, 柯有梅, 等. 番石榴叶的质量标准研究[J]. 中草药, 2006, 37(6): 942-943.

滤液,即得。

2.4 线性关系考察:精密称取番石榴苷对照品适量,加甲醇溶解制成质量浓度分别为0.078 7、0.236 1、0.393 5、0.629 6、0.787 0、1.180 5 mg/mL系列对照品溶液。分别精密吸取上述溶液各10 μ L,注入液相色谱仪,测定峰面积。以峰面积为横坐标,番石榴苷量为纵坐标绘制标准曲线,计算得回归方程 $Y = 3.284 0 \times 10^6 X + 1.940 7 \times 10^5$, $r = 0.999 9$ 。结果表明番石榴苷在0.787~11.805 μ g与峰面积具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取番石榴苷对照品溶液(0.550 8 mg/mL)10 μ L,注入液相色谱仪,连续测定6次,测定番石榴苷峰面积,其RSD为0.01%。

2.6 稳定性试验:取番石榴叶药材供试品溶液10 μ L,注入液相色谱仪,分别在0、0.5、1、2、4、8、12、24 h进样,测定其峰面积,其RSD为0.84%,结果表明供试品溶液在24 h内稳定。

2.7 重现性试验:取番石榴叶药材供试品6份,每份约2 g,分别精密称定,制备供试品溶液,测定番石榴苷峰面积,计算其质量分数RSD为0.92%。

2.8 加样回收率试验:取番石榴叶药材供试品6份,每份约1 g,分别精密称定,加入番石榴苷对照品溶液(0.15 mg/mL)各50 mL,制备供试品溶液,分别测定,计算加样回收率。结果平均回收率为98.02%,RSD为1.21%。

2.9 样品测定:分别精密吸取番石榴苷对照品溶液和供试品溶液各10 μ L,注入液相色谱仪,测定3批药材样品,测定结果见表1。

3 讨论

RP-HPLC法测定石仙桃中天麻素和天麻苷元¹

林丽聪¹, 吴春敏^{2*}, 陈海滨², 张怡评¹

(1. 福建中医学院 药学系, 福建 福州 350003; 2. 福建省药品检验所, 福建 福州 350001)

摘要:目的 建立石仙桃药材中天麻素及天麻苷元的测定方法,测定新鲜石仙桃不同药用部位及石仙桃炮制品中天麻素和天麻苷元的量。方法 采用Hypersil C₁₈色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m),乙腈-0.05%磷酸溶液(3:97)为流动相,检测波长为220 nm。结果 不同药用部位中所含的量相差较大;天麻素、天麻苷元质量浓度与峰面积均呈良好的线性关系;平均回收率分别为99.61%($n=6$)、97.17%($n=6$)。结论 本法操作简便、准确、具有良好的重现性,为石仙桃药材的合理应用及质量控制奠定基础。

¹ 收稿日期: 2007-06-10

基金项目: 福建省科技攻关重点项目(2004Y31)

作者简介: 林丽聪(1982-),女,硕士研究生,研究方向为中药化学及药物质量标准研究。

* 通讯作者 吴春敏 Tel: (0591) 87622202 E-mail: wchmra@yahoo.com.cn