

有显著影响;而笔者在研究吡虫啉对金银花中绿原酸的量是否有影响时发现,施药后绿原酸的量有所升高,而且施药浓度越高,影响越明显^[7]。导致以上不同的原因可能是两者代谢途径不同,在植物体内所起的作用也不同^[8,9];而且通常认为,绿原酸是植物保护素之一,内吸性杀虫剂吡虫啉喷施到金银花上以后,可能对植株产生一定刺激,而使其次生代谢发生一些改变,使绿原酸的量升高,这是其抗御伤害进行自我保护的机制之一,但其具体机制还需进一步研究。

3.4 苏文华等^[10]对植物药材次生代谢产物的积累与环境的关系、环境的诱导机制等进行了综述,提出以国内外次生代谢研究基本知识和理论为基础,探讨药用植物种植有效成分积累变化的内在规律,探索和建立符合栽培药用植物次生代谢物质积累规律的机制和理论,使植物药材种植中质量控制研究建立在科学的理论基础之上,所以,农药对药材成分影响的研究还有大量工作要做。

参考文献:

- [1] 沈一行,朱玉香,宋洪涛,等. 敌克松对两种曼陀罗生物碱含量的影响 [J]. 中药材, 1993, 16 (3): 7-9.
- [2] 刘铁城,刘惠卿,王丽华,等. 西洋参根部腐烂病药剂防治研究 [J]. 中药材, 1987(2): 1-4.
- [3] 王广军,杨建丽,高国华. 金银花病虫害综合防治技术 [J]. 河南农业科学, 2003, 9: 69-70.
- [4] (中国药典) [S]. 一部. 2005.
- [5] 金晓玲,王宇峰,闫申. HPLC法测定金银花中木犀草苷的含量 [J]. 数理医药学杂志, 2006, 19 (6): 637.
- [6] 马双成,刘燕,毕培曦,等. 金银花药材中抗呼吸道感染黄酮类成分的定量研究 [J]. 药物分析杂志, 2006, 26 (4): 426-430.
- [7] 陈美艳,陈君,李昆同,等. 吡虫啉对金银花绿原酸含量影响的初步研究 [J]. 世界科学技术-中医药现代化, 2006, 8 (6): 54-57.
- [8] 王建伟,周凌云,柯用春. 土壤水分对金银花中硝酸盐和绿原酸含量的影响 [J]. 安徽农业科学, 2006, 34 (4): 721, 731.
- [9] 柯玉琴,潘廷国. NaCl胁迫对甘薯苗期生长、IAA代谢的影响及其与耐盐性的关系 [J]. 应用生态学报, 2002, 13(10): 1303-1306.
- [10] 苏文华,张光飞,李秀华,等. 植物药材次生代谢产物的积累与环境的关系 [J]. 中草药, 2005, 36 (9): 1415-1418.

岗松的定性定量分析方法研究

刘布鸣,梁凯妮,卢文杰,蔡全玲,林霄,陈明生*

(广西中医药研究院,广西南宁 530022)

摘要:目的 对岗松进行分析研究,建立定性定量分析方法,为岗松的质量标准制定提供方法和依据。方法 采用薄层色谱进行定性鉴别;定量方法采用气相色谱测定岗松中芳樟醇的量:以聚乙二醇(PEG)-20M和硅酮(OV-17)为固定液的混合柱,柱温150℃,外标法定量。结果 芳樟醇在0.109 4~0.656 3 μg呈线性关系;分别对岗松的枝叶和根茎进行了测定,平均回收率分别为99.04% (RSD= 2.48%, n= 6)和98.03% (RSD= 2.79%, n= 6)。结论 该方法简便、准确,专属性强,重现性、回收率好,可作为岗松药材的质量控制方法。

关键词: 岗松;薄层色谱;气相色谱;芳樟醇

中图分类号: 282.6 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2008)03- 0443- 03

岗松为桃金娘科岗松属植物岗松 *Baeckea frutescens* L.,主要分布于广西、广东、江西、福建等地,具有化痰止痛、清热解毒、利尿通淋、杀虫止痒之功效,用于跌打瘀肿、肝硬化、热泻、热淋、小便不利、阴痒、脚气、皮肤瘙痒、疥癣、水火烫伤、虫蛇咬伤^[1]。目前对岗松的研究多为挥发油化学成分^[2,3],分析方法的研究报道较少。笔者采用薄层色谱法和气相色谱法,以主要成分之一的芳樟醇为对照,对岗松进行了定性定量分析方法研究,并对枝叶和根茎分别进

行了分析比较,为药材的进一步开发利用提供基础数据,为岗松药材及其制剂的质量标准研究奠定基础 and 依据。

1 材料

1.1 仪器、试剂:日本岛津 GC-14B气相色谱仪,威玛龙色谱工作站;硅胶 G,青岛海洋化工厂;芳樟醇对照品(1503-200001),由中国药品生物制品检定所提供;岗松对照药材(1223-0301),由中国药品生

* 收稿日期: 2007-05-09

基金项目: 广西自然科学基金项目(桂科自 0542021);广西大型仪器协作共用专项资金资助项目(292-2005-85)

作者简介: 刘布鸣(1956-),男,湖南人,研究员,主要从事药物化学成分、质量标准与质量控制方法研究。

Tel (0771) 5883405 E-mail liubuming@yahoo.com.cn

物制品所提供:醋酸乙酯,分析纯。

1.2 样品:岗松植物采自广西南宁等地,经广西中医药研究院中药研究室赖茂祥副研究员鉴定为桃金娘科岗松属植物岗松 *B. frutescens* L.,按植物的枝叶和根茎两部分分别晾干。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别:取岗松粉碎,称取 2~3 g,加石油醚 10~20 mL,加热回流 1 h,滤过,滤液挥干,残渣加醋酸乙酯 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取对照药材同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法^[4]试验,吸取上述各种溶液各 1~2 μ L 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯 (9:1) 为展开剂,展开,取出晾干,置紫外光灯 (365 nm) 下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上显相同的蓝色荧光斑点,见图 1 (1、2、5、6 岗松样品分别来自广西灵山、博白、桂平、北流,3、4 为岗松对照药材)。

2.2 定量测定

2.2.1 气相色谱条件:填充色谱柱以聚乙二醇 (PEG)-20M 和硅酮 (OV-17) 为固定液,涂布质量浓度分别为 10% 和 2%;涂布后的载体以 7:3 的比例

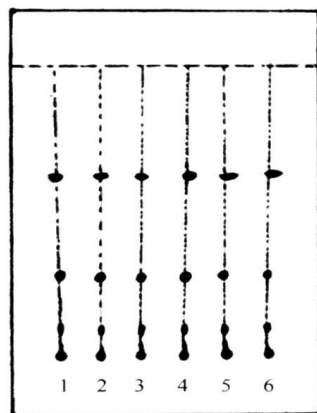


图 1 岗松薄层色谱图

Fig. 1 TLC Chromatogram of *B. frutescens*

(质量比) 装入同一柱内 (PEG 在进样口端); 长度: 2 m; 恒温: 150 $^{\circ}$ C; 进样口温度: 250 $^{\circ}$ C; 检测器: FID, 温度 250 $^{\circ}$ C; 载气 N_2 : 60 mL/min; 助燃气空气: 50 mL/min; 燃气 H_2 : 60 mL/min; 进样量: 1 μ L。在本色谱条件下, 理论板数按芳樟醇峰计算不低于 1 500, 芳樟醇峰与相邻组分色谱峰达到完全分离, 分离度大于 1.5, 芳樟醇保留时间约为 10 min。样品与对照品色谱图见图 2。

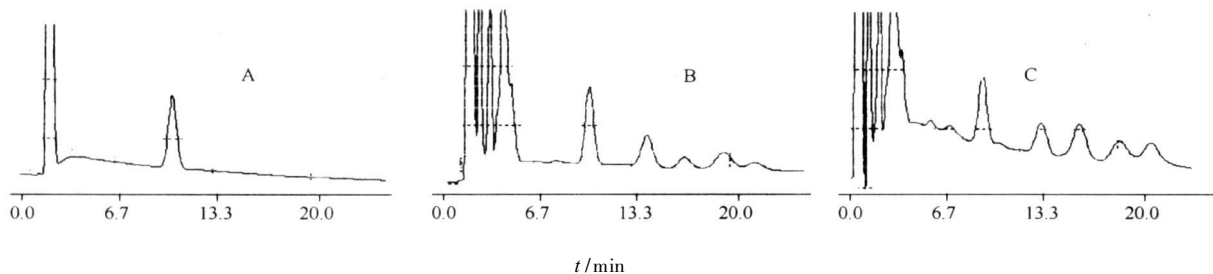


图 2 芳樟醇对照品 (A)、枝叶样品 (B)、根茎样品 (C) 气相色谱图

Fig. 2 GC Chromatogram of linalool reference substance (A), branch and leaf samples (B), and rhizome sample (C)

2.2.2 对照品溶液的制备:精密称取芳樟醇对照品 0.2188 g 于 10 mL 量瓶中,以醋酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀,作为芳樟醇对照品储备溶液。从中精密吸取 0.15 mL,置 10 mL 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为芳樟醇对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备:分别取岗松枝叶 50 g 根茎 70 g,精密称定,置 1 000 mL 圆底烧瓶中,加水 500 mL,照挥发油测定法^[5]试验,自测定器上端加水使充满刻度部分,并溢流入烧瓶中为止,再加入醋酸乙酯 3 mL,加热至沸腾,并保持微沸 5 h,放冷,分取醋酸乙酯层,测定器再用醋酸乙酯洗涤数次,枝叶部分合并醋酸乙酯液于 5 mL 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,再从中取 1 mL 置 25 mL 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为枝叶部分供试品溶

液。根茎部分则直接合并醋酸乙酯液于 5 mL 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为根茎部分供试品溶液。

2.2.4 线性关系考察:分别精密吸取上述对照品储备溶液 0.05、0.10、0.15、0.20、0.25、0.30 mL,置 10 mL 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,摇匀,按上述色谱条件,进样 1 μ L,测定。以芳樟醇峰面积积分值 (Y) 对芳樟醇进样量 (X) 进行回归分析,得回归方程: $Y = 2.823 \times 10^9 X + 1.235 \times 10^5$, $r = 0.9993$ 。表明芳樟醇进样量在 0.109 4~0.656 3 μ g 线性关系良好。

2.2.5 精密度试验:取供试品溶液,连续重复进样 6 次,枝叶、根茎的芳樟醇峰面积平均值分别为 1 003 429 (RSD = 1.51%); 1 595 231 (RSD =

1. 49%)。

2. 2. 6 重现性试验:精密称取同一批样品各 6 份,按“供试品溶液的制备”项下进行操作测定,枝叶、根茎芳樟醇的平均质量分数分别为 736. 6 μ g /g (RSD= 2. 17%)、6. 77 μ g /g(RSD= 2. 03%)。

2. 2. 7 加样回收率试验:分别精密称取已测知量的枝叶、根茎样品各 6 份(枝叶 25 g /份、根茎 35 g /份),置于 1 000 mL 圆底烧瓶中,分别在枝叶部分精密加入上述对照品储备溶液各 0. 84 mL,根茎部分各 0. 011 mL。按定量测定方法提取测定,计算平均回收率,结果枝叶、根茎的平均回收率分别为 99. 04% (RSD= 2. 48%)、98. 03% (RSD= 2. 79%)。

2. 2. 8 样品测定:取岗松枝叶、根茎,精密称取不同的药材样品各约 50~70 g,以上述方法进行测定,结果见表 1。

3 讨论

3. 1 本实验建立了岗松中芳樟醇的定性定量分析方法,方法简便、快速,专属性强,重现性好,可作为岗松药材的质量控制方法。

3. 2 芳樟醇为挥发性成分,因此采用了水蒸气蒸馏法进行定量提取,在提取器的水层中加入适量的醋酸乙酯,可使提取更完全,且芳樟醇溶解于醋酸乙酯

表 1 样品测定结果 (n= 3)

Table 1 Sample determination (n= 3)

样 品	芳樟醇 /(μ g $\cdot$ g $^{-1}$)	
	枝叶	根茎
隆安县	740	6. 79
灵山县	735	6. 83
钦州市	738	6. 76
合浦县	692	6. 43
博白县	701	6. 21
兴业县	687	6. 07
玉林市	634	5. 68
桂平市	666	6. 24
南宁市	726	6. 81
贵港市	677	6. 11

中更利于定量转移。

3. 3 本实验分别对岗松枝叶和根茎进行了测定,结果表明岗松枝叶中芳樟醇的量明显高于根茎,也说明挥发性成分主要存在于枝叶中。

参考文献:

[1] 《中国药典》[S]. 一部. 1977.

[2] 广西壮族自治区卫生厅编. 广西中药材标准 [M]. 第二册. 南宁: 广西科学技术出版社, 1996.

[3] 刘布鸣,赖茂祥,梁凯妮,等. 岗松油的质量分析研究 [J]. 中国中药杂志, 2004, 29 (6): 539.

[4] 《中国药典》[S]. 一部. 2005. 附录 31.

[5] 《中国药典》[S]. 一部. 2005. 附录 57.

高效液相色谱法测定藤黄药材中藤黄酸

江再茂¹,李遐方¹,李 克²,王曙东^{2*}

(1. 解放军第 171 医院,江西 九江 332000; 2. 南京军区南京总医院,江苏 南京 210002)

摘 要: 目的 建立藤黄酸高效液相色谱分析方法用于测定藤黄药材中藤黄酸的量。方法 藤黄药材经碾粉、无水乙醇超声提取后,以 Lichrospher C₈ 化学键合硅胶为固定相,甲醇-水-冰醋酸 (83∶17∶0.1) 为流动相,20℃ 柱温进行色谱等度分离,在 362 nm 波长下进行液相色谱定量检测。结果 藤黄酸的保留时间为 28.5 min,在 35 min 即可完成一次分离分析过程。色谱峰形对称,与药材中其余内源性物质分离完全,定量准确。藤黄酸在 13.13~420 mg/L 线性良好,回收率为 96.5%~101.5%。结论 建立了一种简便实用的高效液相色谱法用于测定藤黄酸的量。

关键词: 藤黄酸;藤黄;高效液相色谱

中图分类号: R282.6 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2008)03-0445-03

藤黄 *Resina Garciniae Morellae* 为藤黄科 (Guttiferae) 植物藤黄树 *Garcinia hanburyi* Hook. f. 的树干被割伤后流出的胶状树脂。呈红黄色或橙红色,质脆易碎,主产柬埔寨、泰国和越南,我国广东省和海南省有栽培。藤黄酸为藤黄的主要活性成分之一,质

量分数 22.75%~36.59%^[1,2]。中医药记载藤黄具有破毒蚀疮、破血散结之功效。中医用于攻毒、消肿、祛腐敛疮、止血、杀虫。主治痈疽肿毒、溃疡、湿疮、肿瘤、顽癣、跌打损伤、创伤出血及烫伤。近年实验研究发现,藤黄酸可显著抑制人肝癌及胃腺癌细胞的增

* 收稿日期: 2007-05-20
作者简介: 江再茂 (1964-),男,江西九江人,药学士,副主任药师,从事医院药学研究。
Tel: (0792) 7166091