

谷甾醇、资源的综合及可持续利用角度考虑,建议蔓性千斤拔和大叶千斤拔的茎、叶可以与其根同等入药。

3.4 本次实验材料采于国内不同地区的野生药材,很难确定其准确的生长年限,同产地、同采收期的千斤拔药材有待进一步研究。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 宋立人,洪 恂,丁续亮,等.中国中药学大辞典(上)[M].北京:人民卫生出版社,2001.
- [3] 饶伟文,黄建楷,温志芳,等.千斤拔的种调查与质量研究[J].中草药,1999,30(3):219-222.
- [4] 张海波,李 钦.HPLC-ELSD法测定玉米须中 β -谷甾醇的含量[J].河南大学学报(医学版),2006,25(4):53-55.

RP-HPLC 法测定绵马贯众药材中绵马贯众素

司云珊¹,徐敬海²,韩 冬¹,赵洪峰¹,解生旭¹,徐雅娟^{1*}

(1. 吉林省中医中药研究院,吉林 长春 130021; 2. 北京中医药大学,北京 100102)

摘要:目的 分离纯化绵马贯众素,建立 RP-HPLC 法测定绵马贯众中绵马贯众素的方法。方法 采用 ODS 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m),流动相为异丙醇-甲醇-氯仿-水-磷酸(102:20:12:24:0.1),检测波长 283 nm。结果 该方法的线性范围为 0.4~1.6 μ g, $r=0.995$ ($n=5$),平均回收率 101.23%, RSD=2.11% ($n=5$)。结论 绵马贯众素质量分数达到 99.13%,可作为对照品。绵马贯众素定量测定方法简便,准确,重现性好,可用于该药材及其制剂中该成分的定量测定。

关键词: HPLC 法; 绵马贯众; 绵马贯众素; 定量测定

中图分类号: R282.6

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2008)12-1894-02

绵马贯众为鳞毛蕨科植物粗茎鳞毛蕨 *Dryopteris crassirhizoma* Nakai 的干燥根茎及叶柄残基。具有清热解毒、驱虫的功效,广泛用于临床^[1]。绵马贯众中主要含绵马贯众素、绵马素、绵马次酸等成分^[2]。绵马贯众已被广泛应用于临床制剂中,《中国药典》尚无质量控制的质量测定,为控制药材及其制剂质量,笔者从绵马贯众药材中分离纯化得到绵马贯众素,测定了绵马贯众中绵马贯众素的量。

1 仪器与试剂

美国 Waters 600E 高效液相色谱仪,486 紫外检测器,7725 手动进样器。对照品绵马贯众素实验室自制,质量分数为 99.13%。药材采自全国各地,经长春中医药大学邓明鲁教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件和系统适用性实验:色谱柱为 Novapak C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μ m)。流动相为异丙醇-甲醇-氯仿-水-磷酸(102:20:12:24:0.1)。进样量:10 μ L,理论塔板数按绵马贯众素计算不得少于 2 500。

2.2 对照品溶液制备:精密称取绵马贯众素适量,加甲醇制成 0.1 mg/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取绵马贯众粉末(过 4 号筛)0.5 g,精密称定,置 50 μ L 量瓶中,加乙醚 30 mL 冷浸 24 h,补乙醚至刻度,取 1 mL 置 10 mL 量瓶中,加乙醚至刻度,摇匀即得。

2.4 专属性试验:精密吸取供试品溶液、对照品溶液和阴性对照溶液各 5 μ L,按色谱条件进样,结果供试品色谱中,在与绵马贯众素对照品色谱相同的保留时间处有色谱峰,与其他组分能基本达到基线分离($R>1.5$);阴性对照色谱中,在与绵马贯众素对照品色谱峰相同的保留时间处无色谱峰,表明阴性对照无干扰,具有专属性。见图 1。

2.5 标准曲线的绘制:精密吸取对照品溶液 4、5、

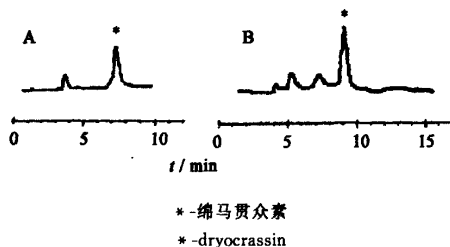


图 1 东北贯众素对照品(A)和样品(B) HPLC 图
Fig. 1 HPLC Chromatograms of dryocrassin reference substance (A) and sample (B)

收稿日期:2008-06-25

基金项目:国家科技部十五公关项目(项目编号 03-929-01-30)

作者简介:司云珊(1970—),1996年毕业于长春中医学院中药学专业,获理学学士学位,现任职于吉林省中医中药研究院重点实验室,主要从事中药化学的基础研究和新药研发。 E-mail:siyunshan1970@126.com

* 通讯作者 徐雅娟 Tel: 0431-86816848 Fax: 0431-85910067

7、9、11、13、16 μL ，注入高效液相色谱仪，按上述条件测定，绵马贯众素色谱峰峰面积积分值 (X) 与质量浓度进行回归，得回归方程 $Y = 461\,599 + 1\,718\,503\,X$ ， $r = 0.995$ ，质量浓度在 $0.4 \sim 1.6\,\mu\text{g}$ 与峰面积积分值成良好的线性关系。

2.6 精密度试验：按上述色谱条件精密吸取对照品溶液 $10\,\mu\text{L}$ ，连续进样 5 次，测峰面积，RSD 为 3.2%。

2.7 重现性试验：精密称取供试品 5 份，分别按供试品溶液制备方法制备，按上述色谱条件测定峰面积并计算质量分数，结果 RSD 为 1.78%。

2.8 稳定性试验：按上述色谱条件，精密吸取对照品溶液 $10\,\mu\text{L}$ ，每隔 2 h 测定 1 次，测定峰面积，结果 RSD=1.53%。

2.9 回收率试验：精密称取已测定的样品粉末 5 份，每份 0.25 g，分别精密加入一定量对照品溶液，依照 2.3 项下操作，测得绵马贯众素平均回收率为 101.23%，RSD 为 2.6%。

2.10 样品测定：取不同产地绵马贯众药材，照 2.3 项下操作，测定其绵马贯众素的量，结果见表 1。

3 讨论

从绵马贯众中分离得到了绵马贯众素，质量分数达 99% 以上，建立了 RP-HPLC 测定东北贯众素

表 1 绵马贯众中绵马贯众素的测定结果 ($n=2$)

Table 1 Determination of dryocrassin in *D. crassirhizoma* ($n=2$)

产 地	采集方式	采集时间	绵马贯众素/%
长春	市售	2000-12	5.58
安图	采集	2000-10	10.20
抚松	采集	2000-09	10.65
通化(1)	市售	2001-02	5.12
吉林(1)	市售	2001-03	6.27
吉林(2)	市售	2001-03	—
二道白河	采集	2000-10	8.53
黑龙江	市售	2001-04	9.39
八道沟	采集	2001-10	7.84
长白县	采集	2001-10	11.80
长白县	采集	2001-10	11.17

的方法。本方法简便，准确，重现性好。

测定了不同市售药材的绵马贯众素的量，结果差别较大，其中浙江、四平、南京、通化等地的绵马贯众未测出绵马贯众素，而长白县、安图、抚松量高达 10% 以上，说明市售药材质量不一。绵马贯众素为绵马贯众的主要药效成分，绵马贯众素的量可以为绵马贯众的临床合理应用提供依据。

参考文献：

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2005.
- [2] 宋立人, 丁绪亮, 藏毅阳, 等. 现代中药学大辞典 (上册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2001.

HPLC 法测定板蓝根中落叶松脂素-4,4'-二-O- β -D-二葡萄糖苷

何立巍, 李 祥*, 陈建伟, 夏 怡, 汪莹莹

(南京中医药大学, 江苏 南京 210046)

摘 要:目的 建立板蓝根药材抗病毒活性成分落叶松脂素-4,4'-二-O- β -D-二葡萄糖苷 (直铁线莲宁 B, clemastanin B) 的定量测定方法。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Lichrospher-C₁₈ 柱, 流动相: 甲醇-乙腈-水 (24:1:75), 体积流量: 1.0 mL/min; 紫外检测波长: 280 nm。结果 测定了板蓝根主要产地药材中落叶松脂素-4,4'-二-O- β -D-二葡萄糖苷的量, 平均质量分数为 0.041%, 加样回收率为 98.8%, RSD 为 0.60%。结论 本方法简便、灵敏、结果可靠, 可作为板蓝根药材质量控制的定量方法。

关键词:板蓝根; 落叶松脂素-4,4'-二-O- β -D-二葡萄糖苷; HPLC

中图分类号: R282.6

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2008)12-1895-03

板蓝根为清热解毒类常用中药, 但在药材质量控制标准上, 直至 2005 年版《中国药典》中仍没有定量测定项。落叶松脂素-4,4'-二-O- β -D-二葡萄糖苷

(直铁线莲宁 B, clemastanin B) 是在板蓝根抗病毒有效部位中分离得到的量最多的木脂素类化合物, 占有效部位的 2% 左右, 占生药量的 0.04%。体外

收稿日期: 2008-04-09

基金项目: 江苏省科技厅高新技术研究课题 (BG2003315); 江苏省高校自然科学基础研究项目 (07KJD360165); 江苏省中医药管理局科技研究专项基金 (HZ07044)

作者简介: 何立巍 (1974—), 男, 黑龙江省哈尔滨人, 博士, 讲师。E-mail: heliwei@sina.com

* 通讯作者 李 祥 Tel: (025) 51998182 E-mail: Lixiang_8182@163.com