

品溶液。依法测定,计算回收率,结果见表3,4。

表3 展筋丸中士的宁回收率试验结果

试验号	取样量(g)	样品中含量(mg)	加入量(%)	实测值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD%
1	1.032 0	3.268 0	3.150 1	6.417 0	99.97		
2	1.022 5	3.237 9	3.150 1	6.398 2	96.57		
3	1.034 5	3.275 9	3.150 1	6.452 0	100.83	100.03	2.06
4	1.040 1	3.293 7	3.150 1	6.468 9	100.80		
5	1.025 5	3.247 4	3.150 1	6.500 1	101.99		

表4 展筋丸中马钱子碱回收率试验结果

试验号	取样量(g)	样品中含量(mg)	加入量(%)	实测值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD%
1	1.032 0	3.268 0	2.311 5	4.675 7	99.59		
2	1.022 5	3.237 9	2.311 5	4.555 1	95.32		
3	1.034 5	3.275 9	2.311 5	4.719 0	101.22	99.41	2.41
4	1.040 1	3.293 7	2.311 5	4.727 2	101.02		
5	1.025 5	3.247 4	2.311 5	4.668 3	99.92		

2.10 样品测定结果 对三批展筋丸(050202, 050328, 050513)样品,按正文所述方法进行含量测定,结果见表5。

表5 展筋丸含量测定结果

批号	士的宁(mg/丸)			马钱子碱(mg/丸)		
	含量	平均值	含量	平均值	含量	平均值
050202	1.88	1.92	1.90	1.37	1.39	1.38
050328	2.06	2.10	2.08	1.58	1.56	1.57
050513	2.05	2.07	2.06	1.56	1.53	1.55

3 讨论

展筋丸中含有马钱子,其主要成分为士的宁与马钱子碱,二者均为典型的、竞争性的甘氨酸突触后膜抑制作用的拮抗剂,安全使用范围小,必须严格控制每日剂量。为了保证药品质量,保证临床用药安全,我们选用反相高效液相色谱法同时测定制剂中士的宁与马钱子碱的含量,达到了预期效果。

2005版中国药典一部对含马钱子成方均以反相高效液相色谱法测定士的宁含量(例如舒筋丸)^[1]。一般C₁₈柱pH耐受范围为2~8,所以药典均以离子对色谱法对pKa较大的生物碱(例如士的宁,马钱子

碱等)进行分离,通过离子对试剂与生物碱形成中性络合物达到分离的目的。但含有离子对试剂的流动相组成复杂,配制麻烦,柱子上的离子对试剂不易洗净,故不易操作。我们在此试验中使用了一种新填料,其pH耐受范围为1~12,对于pKa值较大的生物碱只需调节缓冲液的pH值,使生物碱完全处于游离状态,进而通过样品在固定相与流动相之间的分配系数不同达到彼此分离的目的^[2]。我们的试验也证实,此柱分离度好,流动相配制简单,出峰快速(两种生物碱的出峰时间分别为:马钱子碱6min左右,士的宁8min左右),色谱柱易清洗。升高柱温则能降低流动相缓冲液比例过大造成柱压过高。

对于供试品的制备,我们曾比较了回流加热提取2h与冷浸过夜、超声处理30min两种提取方法,结果二者无显著差别。由于后者操作简单易行,故选择了冷浸超声法。

参考文献:

- [1] 中国药典2005版,一部[S]. 2005: 636.
- [2] 薛燕,袁汉成. RP-HPLC用于碱性生物碱的分离[J]. 药物分析杂志, 2003, 23(2): 94.

收稿日期:2005-11-29

HPLC法测定石韦中木犀草素的含量

张亚宁¹,吴博¹,杨吉刚¹,胥秀英^{2*},郑一敏²(1. 重庆工学院生物工程学院2003级本科,重庆400050;2. 重庆工学院生物工程学院天然药物实验室,重庆400050)

通讯作者:胥秀英, Tel: (023)68662335, E-mail: yxx651116@cqit.edu.cn

摘要 目的:用高效液相色谱法测定石韦中木犀草素的含量。方法:采用 Shimadzu C₁₈柱(150 mm × 4.6 mm,

5 μm),流动相为甲醇-0.2% H_3PO_4 溶液(50:50),流速 1.0mL/min,检测波长 254nm,柱温室温,用外标法定量,测定石韦中木犀草素的含量。结果:木犀草素的线性范围 0.032 5~0.39 μg , $r=0.999\ 9$,回收率 95.85%,RSD 为 0.27%。结论:该方法简便,快速,线性关系良好,适合作为石韦中木犀草素含量测定的方法。

关键词 石韦;木犀草素;高效液相色谱法

中图分类号:R917

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2006)06-0359-03

Quantitative determination of luteolin in *Pyrrosia lingua* by HPLC

ZHANG Ya-ning¹, WU Bo¹, YANG Ji-gang¹, XU Xiu-ying², ZHENG Yi-min² (1. Undergraduate of Grade 2003, College of Bioengineer, Chongqing Institute of Technology, Chongqing 400050, China; 2. Laboratory of Natural Drugs, College of Bioengineer, Chongqing Institute of Technology, Chongqing 400050, China)

ABSTRACT Objective: To determine the content of luteolin in *Pyrrosia lingua* by HPLC. **Methods:** The HPLC method was used to determine the content of luteolin from *Pyrrosia lingua*. The analysis was carried out on Shimadzu C_{18} column(150mm \times 4.6mm,5 μm). The mobile phase was MeOH-0.2% H_3PO_4 (50:50). Flow-rate was 1.0mL/min. Wave-length was 254nm. Temperature was room temperature.

Results: The method was simple and had a good linear relationship. The liner range of luteolin is 0.40-2.00 μg and gave a correlation (r) of 0.999 6. The recovery was 95.85%,RSD 0.27%. **Conclusion:** The method was easy to determine the content of luteolin from *Pyrrosia lingua*.

KEY WORDS *Pyrrosia lingua*; luteolin; HPLC

石韦(*Pyrrosia lingua* Thunb.)为水龙骨科植物。别名为石兰、石剑。为多年生草本,主要分布于长江以南各省,生林木下岩石或净泥土中,味苦、甘,性微寒,有利尿通淋、清肺止血的功能,常用于小便不利、血淋、尿血等^[1]。木犀草素是其有效成分之一,目前尚未见含量测定的报道,笔者采用高效液相色谱法,测定了石韦中木犀草素的含量,方法稳定、快速、重现性好。

1 实验仪器与试剂

1.1 仪器 岛津 LC-10A 高效液相色谱仪(LC-10ATVP 泵,SCL-10AVP 控制器,SPD-10AVP 紫外检测器,CTO-10AVP 柱温箱)。

1.2 木犀草素对照品 购于中国药品生物制品检定所,批号为 111520-200201。

1.3 药材 购于重庆市中药材市场,由重庆市中药研究院李泉森副主任技师鉴定为石韦 *Pyrrosia lingua* Thunb.

2 方法和结果

2.1 色谱条件的选择 参考文献^[2]选择色谱条件为:色谱柱 Shimadzu C_{18} (150mm \times 4.6mm,5 μm);流动相:甲醇-0.2% H_3PO_4 溶液(50:50);流速:1.0 mL/min;检测波长 254nm;柱温:室温。

2.2 对照品及供试液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取木犀草素对照品一定量,用甲醇溶解分别制成浓度为 0.0325

g/L 的溶液,经 0.45 μm 滤膜滤过,滤液作为对照品溶液备用。

2.2.2 供试品溶液的制备 分别称取经干燥粉碎的不同产地的石韦 10g,各加入 80 mL 甲醇液,超声提取 30 min,过滤得提取液,滤渣再各加 60 mL 甲醇液,超声提取 20 min,过滤得提取液,合并两次提取液。将提取液减压浓缩干燥得石韦提取物,各称取该提取物一定量,用 60% 甲醇溶解制成 10 mg/mL 的溶液,0.45 μm 滤膜过滤,备用。

2.3 线性关系考察试验 分别精密量取上述木犀草素对照品溶液 1、2、4、8、12 μL 进样,以色谱峰面积(Y)对质量(X)进行回归,木犀草素的线性回归方程为 $Y=3.118\ 5\times 10^6 X+379\ 65.1$, $r=0.999\ 9$,线性范围为 0.032 5~0.39 μg 。

2.4 精密度试验 取上述对照品溶液 10 μL ,连续进样 6 次,测得木犀草素的峰面积 RSD 为 0.81%,表明仪器进样精密度良好。

2.5 稳定性试验 取 2.2.2 供试样溶液 10 μL ,分别在 0、2、4、8、16h 进样,测定木犀草素的峰面积 RSD 为 2.41%,表明样品溶液在 16h 内稳定。

2.6 重现性试验 取同一批石韦药材,按供试品制备方法配制 6 份,分别进样 10 μL ,测定木犀草素的峰面积 RSD 分别为 2.77%,表明该方法的重现性较好(见表 1)。

2.7 加样回收率试验 取同一供试品溶液 5 份,分别加入与样品量之比为 1:1 的木犀草素对照品,按供试品制备方法制备,在上述色谱条件下进样 10 μL

测定,计算得回收率分别为 95.85%,RSD 0.27% (见表2)。

表1 石韦药材样品重现性实验结果

编号	浓度 (mg/mL)	峰面积	RSD (%)
1	10.1	54 322	2.77
2	10.2	57 823	
3	10.1	53 894	
4	10.0	55 246	
5	10.1	54 230	
6	10.2	53 891	

表2 回收率实验结果 (n=5)

样品量 (μg/mL)	加入量 (μg/mL)	测得量	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.021	0.025	0.044	95.65	95.85	0.27
0.019	0.025	0.043	95.55		
0.023	0.025	0.046	95.83		
0.028	0.025	0.051	96.23		
0.025	0.025	0.048	96.00		

2.8 样品含量测定 取 2.2.2 供试品制备方法制成样品溶液各 10μL 进样(3次平行),测定峰面积,由线性方程计算得木犀草素的含量见表3,对照品及供试品色谱图见图1。

表3 石韦中木犀草素含量测定结果(g/100g)

批号	木犀草素
040507	0.000 2
040709	0.000 3
040723	0.000 7

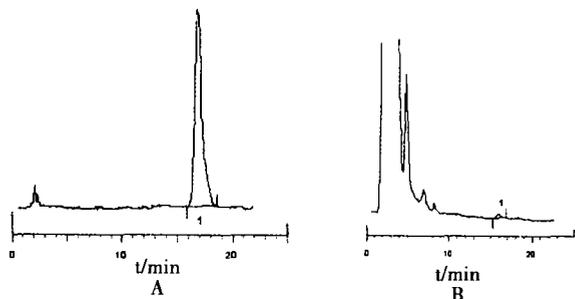


图1 木犀草素对照品(A)与样品(B)色谱图

1 - 木犀草素

3 讨论

石韦有利尿通淋、清肺止血的功能,对其主要特征性成分芒果苷、异芒果苷和绿原酸的含量测定^[3]报道较多,而对另一成分木犀草素的含量测定至今未见报道,本文参考文献^[2]对石韦中木犀草素的含量进行了测定,其方法稳定、快速、重现性好,无杂质干扰,适合作为石韦中木犀草素含量测定的方法。但从含量测定结果看出,石韦中木犀草素含量很低,对其是否为石韦药材中的药效成分,还需进一步研究。

参考文献:

[1] 肖培根. 新编中药志[M]. 第三卷. 北京: 化学工业出版社, 2002:441.
 [2] 郑一敏, 胥秀英, 杨艳红, 等. HPLC 法测定灯心草中木犀草素的含量[J]. 中国药房, 2005, 16(增刊):2.
 [3] 李洁, 童玉懿. 石韦有效成分的高效液相色谱测定[J]. 药学学报, 1992, 27(2):153.

收稿日期:2005-07-03

2007年《药学实践杂志》优秀论文评选启事

为进一步繁荣药学学术活动,提升本刊论文水平和编印质量,扩大《药学实践杂志》在国内外的影响,鼓励广大作者踊跃向本刊投稿,推动本刊进一步发展。本刊主办单位和编委会决定在2007年开展《药学实践杂志》优秀论文评选活动,该评选活动今后将定期举办,并对优秀科技论文的作者进行奖励,具体评选方法如下:

1. 评选原则 为保证评选优秀论文的质量,本刊坚持“科学公正、严格筛选、优中选优、宁缺勿滥”的评选原则。
2. 组织领导 由本刊编委会负责组建评选委员会,评选委员会暂定由11人组成。其中3个名额从名誉主编、主编、副主编和编辑中产生,另8个名额从编委中产生。
3. 评选范围 凡刊登在2007年《药学实践杂志》上的论文都在参评之列。
4. 评选程序和规则 ①由编辑部提出优秀论文的具体条件,经主编同意,作为本次评选的标准;②按照标准,编辑部推选出入围论文20篇;③评选委员会委员按照统一的标准,独立对每篇候选论文打分;④评选委员会开会将对打分结果进行统计分析,讨论确定优秀论文名单(5-10名),并根据打分情况分为一、二、三等奖;⑤评选委员会向主任编委报告评选结果,本刊在下一年度中期公布结果,并向作者颁奖。
5. 入围论文条件 ①无政治思想错误、不违反法律法规和有关规定。②观点鲜明,有较高学术价值或应用价值。③学术上有公认的创新和独到见解。④语言文字精炼、准确、流畅。⑤被引用次数在2次以上,或有5名以上读者独立推荐。符合以上条件的论文,任何一位读者都可推荐。
6. 表彰奖励 本刊坚持贯彻以“精神奖励为主,物质奖励为辅”的原则,由《药学实践杂志》编辑部颁发优秀论文证书和奖金,同时在《药学实践杂志》2008年第3期上刊登获奖论文题目和作者名单,以示表彰和祝贺。

《药学实践杂志》编辑部