

# 高效液相色谱法测定金钱草中鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯的含量

王淑琴\*, 崔东滨, 马倩

(吉林省中医中药科学院, 吉林 长春 130021)

**[摘要]** 目的: 建立用高效液相色谱法测定金钱草中鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯含量的方法。方法: 采用 HypersilC<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5  $\mu$ m), 流动相: 甲醇-水(50:50), 检测波长 204 nm。结果: 平均加样回收率为 97.1%, RSD= 1.5%。结论: 方法简便、灵敏、准确、专属性强, 适用于金钱草中鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯的含量测定。

**[关键词]** 金钱草; 鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯; 高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)05-0017-02

金钱草主要含有对羟基苯甲酸、尿嘧啶、山奈酚-3-葡萄糖甙、槲皮素<sup>[1]</sup>、鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯<sup>[2]</sup>等。鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯系本实验室自金钱草中分离鉴定的含量较高一种化合物, 本文通过方法学考察等试验, 建立了高效液相色谱法测定金钱草中鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯的含量方法。

## 1 仪器与试剂

日本岛津高效液相色谱仪, 10A 检测器。鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯(本实验室自制), 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯。金钱草药材产自四川。经本院生药室徐国经研究员鉴定为报春花科植物过路黄 *Lysimachia christinae* Hance 干燥全草。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Hypersil C<sub>18</sub>(4.6 mm × 250 mm, 5  $\mu$ m)。流动相甲醇-水(50:50), 流速 0.5 mL·

min<sup>-1</sup>, 检测波长 204 nm, 柱温 30 °C。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液, 即得。

**2.3 供试品溶液的制备** 取金钱草粉末约 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加甲醇 40 mL 冷浸 4 h, 超声提取 0.5 h, 滤过, 滤液浓缩至适量, 拌入 3 g 硅藻土, 挥尽溶剂, 装入硅胶柱(1.5 cm × 12 cm 3 g 硅胶)。先用氯仿-甲醇(10:1) 40 mL 洗脱, 弃去; 继用氯仿-甲醇(3:1) 40 mL 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 用甲醇定容至 5 mL 量瓶, 摇匀, 即得。

**2.4 检测波长测定试验** 在 200~400 nm 测定鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯的紫外吸收, 根据所得紫外吸收光谱图, 确定检测波长为 204 nm, 见图 1、图 2。

**2.5 线性关系的考察** 精密吸取不同浓度(1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 mg·mL<sup>-1</sup>) 的对照品溶液各 10  $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 测定。以鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯对照品溶液的浓度为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 得回归方程为  $Y = 7.57 \times 10^5 X - 2.44 \times 10^5$ ,  $r = 0.999$ 。

[收稿日期] 2008-10-21

[通讯作者] \* 王淑琴, Tel: (0431) 86816850; E-mail: zywsq62@yahoo.com.cn

结果表明鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯在 10~ 30  $\mu\text{g}$  范围内线性良好。

**2.6 精密度试验** 精密吸取同一供试品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10  $\mu\text{L}$ , 分别进行测定, 结果 RSD 为 1.3%, 表明本含量测定方法精密度较好。

**2.7 稳定性试验** 取供试品溶液, 于 0, 12, 24, 36, 48 h 测定。RSD 为 0.94%, 结果表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

**2.8 重复性试验** 取同一批样品, 分别制备 6 份供试品溶液, 按上述色谱条件测定, 结果鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯平均含量为 0.84%, RSD 为 2.2%, 表明本法重复性较好。

**2.9 加样回收率试验** 采用加样回收率的方法, 取同一批已知含量的样品 5 份, 每份 0.5 g, 精密称定, 每份精密加入一定量的对照品, 按供试品溶液的制备方法制备, 按上述色谱条件测定, 结果见表 1。

**2.10 样品含量测定** 取不同批次金钱草药材, 按 2.2 2.3 项下方法制备, 精密量取对照品溶液供试品溶液各 10  $\mu\text{L}$  进样, 按上述色谱条件测定含量, 结果见表 2。

表 1 鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯加样回收率试验结果

实验号	样品取量 (g)	样品含量 (mg)	加对照品量 (mg)	测得值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.508 6	5.34	5.20	10.49	99.0	97.1	1.5
2	0.498 5	5.23	5.22	10.21	95.4		
3	0.499 4	5.24	5.24	10.31	97.9		
4	0.507 6	5.33	5.27	10.39	96.0		
5	0.500 2	5.25	5.21	10.31	97.1		

表 2 金钱草中鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯含量

批次	1	2	3	4	5
含量 (%)	1.10	0.83	1.37	1.18	1.32

### 3 讨论

本实验在供试品制备过程中, 采用了硅胶柱处理方法, 通过对不同洗脱量 (30 mL; 40 mL; 60 mL) 的

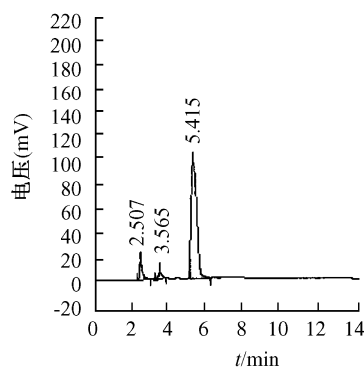


图 1 鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯色谱图

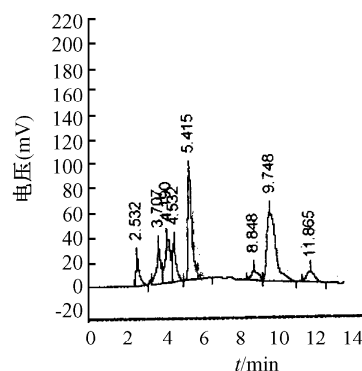


图 2 金钱草供试品色谱图

比较试验, 结果当洗脱液为 30 mL 时, 测得的含量较低, 为 0.98%; 而采用 40 mL 和 60 mL 洗脱时, 测得的含量基本相同, 分别为 1.11% 和 1.10%, 故本试验采用 40 mL 体积量洗脱。

鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯系本实验室自金钱草中分离、鉴定的化合物。也是该属植物中首次发现的化合物。经对 5 个不同批次金钱草的含量测定, 结果表明鼠李酮酸- $\gamma$ -内酯在其中含量较高; 经方法学考察, 结果表明此法重复性好、精密度高, 可作为金钱草的含量测定方法。

### [参考文献]

- [1] 赵世萍, 林平, 薛智, 等. 大金钱草化学成分的研究[J]. 中草药, 1988, 19(6): 245-248.
- [2] 崔东滨, 王淑琴, 严铭铭, 等. 金钱草中黄酮苷的分离与结构鉴定[J]. 药学学报, 2003, 38(3): 196-198.