

# 反相高效色谱法测定 紫丁香苷的含量

吴冬梅

(河南省中医院, 河南 郑州 450000)

槲寄生为祛风湿药物, 其味苦、平, 归肝、肾经, 临床上用于治疗祛风湿、降血压、安胎等, 国外还用于治疗癌症<sup>[1]</sup>。我们以反相高效色谱仪测定了其成分紫丁香苷的含量。

## 1 仪器与试剂

**1.1 仪器、试剂及样品** Agilent 1100 系列高效液相色谱仪; 一极管阵列检测器; Agilent 110。化学工作站: Rheodyne 公司 77251 型六通阀。甲醇为色谱纯; 水为 Millipore-Q 过滤高纯水; 三氟乙酸为分析纯。紫丁香苷对照品系从植物槲寄生中提取纯化得到, 经 IR、MS、<sup>1</sup>H-NMR 和 <sup>13</sup>C-NMR 光谱鉴定结构, HPLC 归一化法测定含量在 99.0% 以上。槲寄生(寄生于杨树)于 2002 年 12 月采自吉林省通化市, 原药材及宿主几树种由北京药物化学研究所郑硕研究员鉴定。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** 色谱柱: Kromasil ODS C<sub>18</sub> (250mm × 4.6mm, 5μm); 流动相: 甲醇-1%三氟乙酸(18:82); 流速: 1mL/min; 柱温: 25℃; 检测波长: 280nm。

**2.2 标准曲线的制备** 精密称取干燥至恒重的紫丁香苷对照品 1.4mg, 置 5mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 即得对照品溶液。吸取 4、6、8、10、12μL 进样, 分别测得峰面积。以峰面积为纵坐标, 紫丁香苷进样量(mg)为横坐标, 作标准曲线。经线性回归处理, 其回归方程为  $Y = 715.38X - 94.46$ ,  $r = 0.9996$ , 线性范围为 1.12~3.36μg。

**2.3 精密度试验** 精密吸取上述对照品溶液 10μL, 重复进样 5 次, 按上述色谱条件测定峰面积,  $RSD = 1.12\%$  ( $n = 5$ )。

**2.4 回收率试验** 精密称取已知含量的槲寄生粉末, 加入

一定量的紫丁香苷对照品, 按样品处理方法操作, 测得样品平均回收率为 98.65%,  $RSD = 1.27\%$  ( $n = 5$ )。

**2.5 重复性试验** 取同一批槲寄生粉末, 照样品处理方法操作, 共做 5 份,  $RSD = 1.57\%$  ( $n = 5$ )。

**2.6 含量测定** 精密称取槲寄生细粉 1g, 置具塞小圆底烧瓶中, 加入甲醇 10mL, 称重。超声提取 30min, 放至室温, 称重, 用甲醇补足损失的重量。0.45μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 照紫丁香苷含量测定方法进行测定。精密吸取供试品溶液 10μL, 以外标法计算, 得槲寄生干燥枝和叶中紫丁香苷的含量<sup>[2,3]</sup>。结果见表 1。

表 1 样品中紫丁香苷含量测定结果( $n = 3$ )

样品	含量(mg/g)	RSD(%)
槲寄生叶	1.62	2.86
槲寄生枝	0.67	2.13

## 3 讨论

我们根据紫丁香苷和槲寄生原药材的性质, 试验了多种流动相系统, 均未能达到理想的分离效果。经反复实验, 适当改变甲醇-水比例, 再加入少量三氟乙酸, 使被测组分峰与杂质峰实现较好的分离。

实验比较了甲醇直接冷浸过夜、超声提取 30min 和加热回流 1h 3 种提取方法, 发现前两种方法得到的含量测定结果相近, 而回流提取 1h 含量偏低, 可能是加热导致了部分紫丁香苷的破坏, 故选用超声 30min 的提取方式。我们还对超声时间进行了比较, 分别超声提取 15、30、40、50、60min, 发现超声 15min 的略低, 而超声 30~60min 无明显差异, 故提取时间选用 30min。

测定结果表明, 同一宿主的槲寄生, 叶中所测紫丁香苷含量明显高于枝的含量。

## [参考文献]

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志[M]. (第十四卷) 北京: 科学出版社, 1988. 147-158.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. (一部). 北京: 化学工业出版社, 2000. 305, 306.
- [3] 邬安珍. 反相高效液相色谱法测定细柱五加中紫丁香苷的含量[J]. 药物分析杂志, 1993, 13(6): 404-406.