

苦杏仁中苦杏仁甙的含量测定

马辰¹, 李春花²

(1 中国医学科学院、中国协和医科大学药物研究所, 北京 100050;

2 河北医科大学中医学院, 石家庄 050091)

摘要: 采用高效液相色谱 C₁₈柱, 以甲醇-水(3: 7)为流动相, 对苦杏仁中的苦杏仁甙的含量进行了测定。线性范围为 4.08~ 32.64 μ g, 平均回收率 97.0%, 相对标准偏差为 1.63%。

关键词: 苦杏仁; 高效液相色谱; 苦杏仁甙

中图分类号: 284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)02-0016-02

Determination of Amygdalin in Apricot-kernel

MA Chen¹, LI Chun-hua²

(1 Institute of Materia Medica, Peking Union Medical College,

Chinese Academy of Medical Sciences, Beijing 100050;

2 Hebei Medical University, Shijiazhuang 050091)

Abstract: Amygdalin in Apricot-kernel was determined by a RP-HPLC method. This work was performed on a Shimadzu LC-4A HPLC with SPD-2AS UV Detector and a C₁₈ column (5 μ m, 15cm \times 4.6mm ID). The mobile phase was methanol-water(3: 7, V/V). The standard curve was linear in the range of 4.08~ 32.6 μ g for amygdalin. The recovery of amygdalin was 97.0% ($n=5$) and RSD was 1.63%.

Key words: Apricot-kernel, HPLC, amygdalin

苦杏仁为蔷薇科樱桃属植物杏 *Prunus armeniaca* L. 及山杏 *Prunus armeniaca* L. var. *Ansu Maxim.* 干燥成熟的种子^[1], 有止咳平喘、润肠通便的作用。文献报道用 TLC 法^[1], 滴定法^[2], 气相色谱法^[3], 高效液相色谱法^[4]等测定苦杏仁甙含量, 本文采用高效液相色谱法测定苦杏仁甙的含量, 样品的前处理方法采用先脱脂, 再进行提取的方法, 有较好的回收率, 可以有效去除脂溶性杂质, 延长色谱柱寿命。

1 材料

1.1 仪器、药品与试剂 高效液相色谱仪 LC-4A 日本岛津; 紫外分光光度计 UV-3000 日本岛津。苦杏仁甙标准品(纯度大于 99%) 购于 Sigma 公司。苦杏仁样品(购于各地药店) 由河北医科大学李春花老师提供样品并

鉴定。试剂均为分析纯。

1.2 苦杏仁甙对照液的配制 精密称取苦杏仁甙 0.2g, 置 50ml 量瓶中, 加甲醇定容摇匀, 为苦杏仁甙标准贮备液。

2 方法

2.1 吸收光谱的测定 精密量取苦杏仁甙贮备液 1ml, 置于 100ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 浓度 40 μ g/ml。用甲醇作为空白溶液, 测定吸收图谱, 确定最大吸收峰为 215nm。

2.2 液相色谱条件 C₁₈ 柱 150mm \times 4.6mm, 5 μ m; 甲醇-水(3: 7)作为流动相, 流速 1.0ml/min; 检测波长 215nm。

2.3 样品提取 取样品研磨均匀, 过 100 目筛, 精密称取 1g, 置 100ml 具塞三角瓶中, 加石油醚超声提取 30min, 弃去石油醚, 残渣用

甲醇 10ml 超声提取 30min, 过滤, 收集滤液, 残渣再用甲醇 10ml 超声提取 30min, 过滤, 滤液合并, 用甲醇定容至 25ml, 摇匀。

2.4 线性范围 精密吸取苦杏仁甙标准贮备液 1, 2, 4, 6, 8ml, 分别置于 10ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。按上述色谱方法, 取 10 μ l 注入液相色谱仪, 测定, 以进样量对峰面积进行线性回归, 回归方程为 $Y = 123.8 + 1864.3x$, $r = 0.9998$, 线性范围 4.08 ~ 32.64 μ g 之间。

2.5 精密度试验 按上述提取方法提取样品, 在选定的色谱条件下测定, 取 10 μ l 注入液相色谱仪测定, 重复 6 次, 以外标法计算平均含量为 3.71%, 相对标准偏差 1.63%。

2.6 回收率试验 取样品, 研磨均匀, 过 100 目筛。精密称取 1g, 共 5 份。分别加苦杏仁甙标准品 20mg, 按样品含量测定项下方法提取、测定, 记录色谱峰面积, 测得平均回收率为 97.0%, RSD 为 2.19%, 见表 1。

表 1 回收率试验 ($n = 5$)

样品+ 标准品 (mg)	样品测得量 (mg)	标准品加入量 (mg)	回收率 (%)
57.2	37.1	20.4	98.5
58.0	37.2	21.5	96.7
55.5	36.5	19.8	96.0
56.1	36.1	20.1	99.5
56.7	37.6	20.3	94.1

2.7 样品测定 取不同产地苦杏仁样品, 研磨均匀, 过 100 目筛, 精密称定 1g, 按上述提取方法及色谱条件, 脱脂、提取、测定, 以外标法计算苦杏仁甙的含量, 得样品含量分别为石家庄 3.71%, 北京 3.52%, 保定 3.95%, 承德 3.48%, 样品色谱图见图 1。

3 结果与讨论

3.1 苦杏仁中含有大量油脂, 文献^[4]采用甲

醇直接超声振荡提取的方法, 本文用石油醚先进行提取, 可有效去除脂溶性杂质, 使供试液得到净化, 防止大量杂质进入色谱柱, 得到较好的回收率。

3.2 提取方法选择 曾比较了冷浸法, 热回流提取法与超声提取法。热回流提取法长时间受热, 易使苦杏仁甙分解, 冷浸法提取时间长, 因此选择超声提取法。超声提取第 3 次未检出苦杏仁甙, 因此确定超声提取两次。比较了超声提取时间, 结果表明, 超声 30min 提取完全, 确定提取时间为 30min。

3.3 本方法测定了 4 个地区的市售苦杏仁中苦杏仁甙的含量, 表明所建立的方法可用于苦杏仁甙的含量测定, 方法易于操作, 准确可靠。

参考文献:

- [1] 沙世炎, 徐礼, 严敏如, 等. 中草药有效成分分析法. 上册. 北京: 人民卫生出版社, 1984. 132
- [2] 中华人民共和国药典. 一部. 广州: 广东科学技术出版社, 1995. 175
- [3] T Cairns, J Froberg, S Gonzales, et al. Analytical Chemistry of Amygdalin. Analytical Chemistry, 1978, 50(2): 317
- [4] 沙明, 曹爱民, 姜丽, 等. 高效液相色谱法测定苦杏仁中杏仁甙的含量. 药物分析杂志, 1996, 16(6): 397

(收稿日期: 1999-07-27)

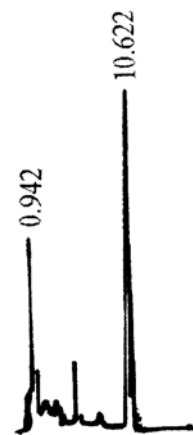


图 1 苦杏仁样品 HPLC 图
 $t_{R} 10.6\text{min}$ 苦杏仁甙