

不同产地广山楂中金丝桃苷含量比较*

Comparison the Content of Hyperoside of *Malus Doumeri* (Bois) Chev. from Different Producing Area

覃葆, 江海燕**, 蔡少芳, 付晓, 邓欢, 史勤怡

QIN Bao, JIANG Hai-yan, CAI Shao-fang, FU Xiao, DENG Huan, SHI Qin-yi

(广西中医学院, 广西南宁 530001)

(Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning, Guangxi, 530001, China)

摘要:采用高效液相色谱法测定不同产地的广山楂中金丝桃苷的含量。色谱柱: C₁₈-ODS、流动相: 乙腈-0.1% 磷酸水溶液(12:88)、流速: 1ml/min、检测波长: 360nm、柱温: 30℃。结果表明: 金丝桃苷在进样量为 0.032~1.28μg 的范围内呈良好的线性关系 ($r=0.9999$), 平均回收率为 98.9%, RSD 值为 2.22%。不同产地广山楂金丝桃苷含量存在一定差异, 其中贺州产广山楂金丝桃苷含量最高。

关键词: 广山楂 金丝桃苷 含量比较

中图分类号: O657.7 文献标识码: A 文章编号: 1002-7378(2011)03-0196-03

Abstract: The content of hyperoside of *Malus doumeri* (Bois) Chev. from different producing area was determined by HPLC. The C₁₈ ODS was used at the temperature of 30℃. The mobile phase consisted of acetonitrile and 0.1% orthophosphoric acid (12:88) with isocratic elution. The UV detector was set at 360nm with 1.0ml/min flow rate. Results showed that a new standard curve, $y=1832.3x+15.938$ and $r=0.9999$, was established. When the hyperoside sample size was between 0.032~1.28μg, the standard curve showed a good linear relationship with 98.9% average recovery and 2.22% RSD. According to the results from HPLC, the content of hyperoside of *Malus doumeri* (Bois) Chev. was various from different producing area. The highest content of hyperoside was found in *Malus doumeri* (Bois) Chev. produced in Hezhou.

Key words: *Malus doumeri* (Bois) Chev., hyperoside, content comparison

山楂含有丰富的黄酮类化合物, 其主要成分是槲皮素、金丝桃苷、牡荆素等, 此外还含有有机酸类、三萜类等多种成分^[1]。目前, 国内对山楂的研究主要侧重于对北方产的山楂的生药学、有效成分、复方制剂以及药效等的研究, 对山楂中熊果酸、金丝桃苷含量测定也有相关报道^[2,3]。

广山楂别名大果山楂、尖嘴林檎, 为蔷薇科苹果属植物台湾林檎 [*Malus doumeri* (Bois) Chev.] 和

光萼林檎 (*Malus leiocalyca* S. Z. Huang) 的成熟果实以及叶子, 其果实广西作为药用山楂使用已久^[4]。广山楂果大色淡, 与北山楂果在外形上有较大差异^[5]。本文采用 HPLC 法, 首次对广西不同产地的广山楂果实中金丝桃苷含量进行测定。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

美国 Agilent1100 高效液相色谱仪: 在线脱气机(G-1322A)、四元泵(A-1311A)、自动进样器(G-1312A)、智能化柱温箱(G-1316A)、可变波长检测器(G-1313A)、CG-16W 高速微量离心机(北京医用离心机厂)、SB3200T 超声波清洗仪(上海能信超声有限公司)、Millipore Simplicity-185 超纯水仪(美

收稿日期: 2011-05-25

作者简介: 覃葆(1956-), 男, 副教授药师, 主要从事中药饮片质量与新药开发研究。

* 广西科技攻关项目(桂科攻 0815005-1-9)资助。

** 通讯作者: (1958-), 女, 教授, 主要从事中药质量控制与管理研究。

国密里博公司),BP211D 电子天平分析天平(德国赛多利斯)。甲醇、乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。金丝桃苷对照品(中国生物制品鉴定所提供,批号:1521-200202)。广山楂分别购于桂林、贺州、百色等产地,经刘寿养教授鉴定,为蔷薇科植物台湾林檎的干燥成熟果实。

1.2 实验方法

1.2.1 色谱条件

色谱柱: Hypersil ODS2 5 μ m (4.6mm \times 250mm 粒度),流动相:乙腈-0.1%磷酸水溶液(12:88),流速:1ml/min,柱温:30 $^{\circ}$ C,检测波长:360nm,进样量:10 μ l,理论塔板数以金丝桃苷计不低于3000。

1.2.2 对照品溶液制备

精密称取金丝桃苷对照品 3.2mg,置于 50ml 容量瓶中,加甲醇溶解,摇匀并定容,配置成浓度为 0.064mg/ml 的金丝桃苷对照品溶液,其 HPLC 色谱图见图 1。

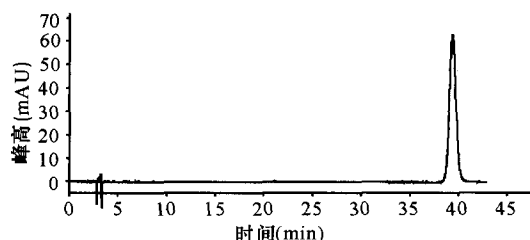


图1 金丝桃苷对照品 HPLC 色谱

1.2.3 供试品溶液制备

取广山楂果实的干燥粉末 8g,精密称定,置于 150ml 具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 70ml,精密称定,超声 40min,放冷,用甲醇补足损失重量。过滤,精密吸取续滤液 40ml,置蒸发皿中水浴挥干溶剂,用甲醇溶解,置于 5ml 容量瓶并定容至刻度,待用。取上述样品供试液约 1ml,置微型离心管中以 10000r/min 的速度离心 10min,取上清液备用。供试品的 HPLC 色谱图见图 2。

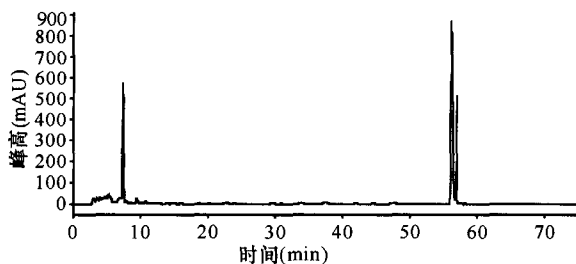


图2 供试品 HPLC 色谱

1.3 方法学考察

1.3.1 线性关系

分别精密吸取上述金丝桃苷对照品溶液 0.5ml、2ml、2.5ml、3ml、4ml,置于 10ml 容量瓶中,加入甲醇摇匀并定容。分别取上述 6 个不同浓度的对照品溶液 10 μ l,注入高效液相色谱仪,按 1.2.1 项下的色谱条件测定其峰面积。以对照品标准溶液进样量(μ g)为横坐标,其色谱峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线并求出金丝桃苷回归方程式为 $y = 1832.3x + 15.938$, $r = 0.9999$ 。金丝桃苷在进样量为 0.032~1.28 μ g 的范围内呈良好的线性关系。

1.3.2 精密度试验

精密吸取金丝桃苷对照品溶液 2.5ml,置于 5ml 容量瓶中,加入甲醇摇匀并定容,备用。精密取此对照品溶液 10 μ l 注入高效液相色谱仪,按 1.2.1 项下的色谱条件进行测定,连续进样 6 次,测定金丝桃苷峰面积。金丝桃苷峰面积 RSD 值为 1.26%,表明所用液相色谱仪的精密度较好。

1.3.3 稳定性试验

取百色产的广山楂果实的干燥粉末约 8g,精密称定,按 1.2.3 项下的方法制备供试品溶液,室温保存,分别在 0h、4h、8h、12h、16h、24h 精密吸取供试品溶液 10 μ l,注入液相色谱仪,按 1.2.1 项下的色谱条件进行测定,考察其稳定性。金丝桃苷峰面积的 RSD 值为 0.69%,说明供试品溶液在 24 h 内保持稳定。

1.3.4 重复性试验

取百色产的广山楂果实的干燥粉末约 8g,共取 6 份,精密称定,按 1.2.3 项下的方法制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液 10 μ l,注入液相色谱仪,按 1.2.1 项下的色谱条件进行测定,计算金丝桃苷含量。金丝桃苷含量的 RSD 值为 0.77%,说明用上述方法制备、测定金丝桃苷含量,重复性较好。

1.3.5 加样回收率试验

取约 4g 河池产的广山楂果实的干燥粉末 6 份,精密称定,分别精密加入与样品相当量的金丝桃苷对照品溶液 100 μ l(0.196mg/ml),按 1.2.3 项下的方法制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液 10 μ l,注入液相色谱仪,并按 1.2.1 项下的色谱条件进行测定,计算金丝桃苷的加样回收率,结果见表 1。

2 样品测定与结果

分别取不同产地的广山楂果实的干燥粉末约 8g,精密称定,按 1.2.3 项下的方法制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液 10 μ l,注入液相色谱仪,并按 1.2.1 项下的色谱条件进行测定,计算金丝桃苷

的平均回收率为 98.90, RSD 值为 2.22%。测定峰面积, 计算金丝桃苷含量。结果发现, 不同产地广山楂中金丝桃苷的含量从高到低依次为贺州、百色、玉林、柳州、梧州、桂林、凭祥、河池, 分别为 0.139mg/g、0.101mg/g、0.092mg/g、0.085mg/g、0.081mg/g、0.076mg/g、0.072mg/g、0.036mg/g ($n=3$)。

表 1 金丝桃苷回收率考察结果

序号	取样量 (g)	取样含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (%)	回收率 (%)
1	4.0046	0.0196	0.0196	0.0394	101.21
2	4.0021	0.0196	0.0196	0.0391	99.43
3	4.0027	0.0196	0.0196	0.0382	95.03
4	4.0027	0.0196	0.0196	0.0394	100.70
5	4.0040	0.0196	0.0196	0.0390	98.52
6	4.0037	0.0196	0.0196	0.0389	98.49

3 结束语

本实验首次对广西产的山楂中金丝桃苷含量进行测定。结果表明, 不同产地的广山楂中金丝桃苷的含量有一定差异, 其含量从高到低依次为: 贺州 > 百色 > 玉林 > 柳州 > 梧州 > 桂林 > 凭祥 > 河池, 以贺州产的金丝桃苷的含量最高。

测定时对不同检测波长进行了选择, 以金丝桃苷的最大吸收波长 360nm 检测时, 色谱峰数较多, 峰面积较大。从方法的精密度、重复性、线性关系考察以及从加样回收试验的结果来看, 本法灵敏度高、重复性好, 为完善地比较广山楂药材质量提供了参考。

参考文献:

- [1] 宋学龄, 王美芝. 山楂的化学成分与临床应用[J]. 甘肃中医药, 2007, 20(10): 47.
- [2] 马晶, 梁伟, 李晓巍. 山楂中熊果酸的含量测定[J]. 黑龙江医药, 2005, 18(04): 235.
- [3] 马国, 蒋学华, 黄婷, 等. HPLC 同时测定山楂叶提取物中的 5 种主要成分[J]. 华西药学杂志, 2007, 22(05): 547.
- [4] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准[M]. 南宁: 广西科学技术出版社, 1992, 21(22): 139-141.
- [5] 黄燮才. 中药山楂原植物的研究[J]. 广西植物, 1999, 18(04): 303.

(责任编辑: 陈小玲)

科学家构建肿瘤生长趋势数学模型

美国科学家研究开发出一种能够帮助人们理解和预测肿瘤生长趋势的数学模型。科学家们希望该模型能够帮助医生为患者制定出高度个性化的治疗方案。

从宏观角度来看, 当肿瘤在人体内形成时, 至少会存在以下两种情况: 一是肿瘤停止生长保持潜伏状态; 二是通过血管从人体“盗取”能量并不断发展。这些为肿瘤提供能量的血管除了滋养肿瘤外, 同时还为癌细胞的扩散提供了一个渠道, 癌细胞借此就能转移到人体的其他部位。美国科学家们的研究对第二种情况进行了关注, 构建肿瘤生长趋势数学模型揭示肿瘤和供养它的血管之间的一种隐性联系。

肿瘤生长趋势数学模型通过了解肿瘤生长的反馈信息, 能够从实时图像中发现肿瘤的局部差异, 并能直接对其进行测量, 较为准确地对肿瘤的生长趋势作出预测, 并指明能够控制其生长的血管, 这有望开辟出一条个性化的干预路径, 对相关疾病的治疗具有积极意义。另外, 肿瘤生长趋势数学模型基于精确的生长动力学评估和肿瘤生长与血管形成之间相互依存关系的判断, 还能够为癌症的治疗设定精确的治疗时间间隔和用药剂量, 这种有针对性的治疗方案将能大大减少患者在治疗过程中所承受的痛苦, 也能为医疗人员带来更大的便利。

(据科技日报)