

HPLC法测定紫菀中紫菀酮的含量

高文远¹,张 蓉¹,贾 伟²,潘力佳³,卢 宾¹,郑宗玉³,段宏泉^{1*}

(1. 天津大学药物科学与技术学院,天津 300072 2. 上海交通大学药学院,上海 200030; 3. 天津中新药业集团,天津 300193)

摘要:目的 建立紫菀中紫菀酮含量测定的 HPLC方法。方法 外标法, Zorbax C₈ 色谱柱为固定相, 100% 乙腈为流动相, 检测波长为 200 nm, 流速为 1.0 mL/min。结果 紫菀酮线性范围为 49.8~498 μg/mL ($r=0.9999$, $n=7$), 平均回收率为 98.10%, RSD=1.44% ($n=3$)。结论 本方法操作简便、快速、准确, 可作为紫菀酮的定量分析方法。

关键词: 紫菀; 紫菀酮; 高效液相色谱法

中图分类号: R286.02 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2003)10-0953-02

Determination of shionone content in root of *Aster tataricus* by HPLC

GAO Wen-yuan¹, ZHANG Rong¹, JIA Wei², PAN Li-jia³,

LU Bin¹, ZHENG Zong-yu³, DUAN Hong-quan¹

(1. College of Pharmaceutical Science and Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China;

2. School of Pharmacy, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China;

3. Tianjin Zhongxin Pharmaceutical Group Co., Ltd., Tianjin 300193, China)

Abstract **Object** To determine the content of shionone in *Aster tataricus* L. f. by HPLC method.

Methods An external standard method with Zorbax C₈ as fixed phase and Acetonitrile as mobile phase was adopted. The wavelength for the detection was 200 nm and the flow rate was 1.0 mL/min. **Results**

The linear range for the determination of shionone was 49.8~498 μg/mL ($r=0.9999$, $n=7$). The average recovery was 98.10% and RSD was 1.44% ($n=3$). **Conclusion** The method is easy to operate, rapid and accurate. It is adoptable for quantity analysis of shionone in *A. tataricus*.

Key words *Aster tataricus* L. f.; shionone; HPLC

紫菀为常用中药,《中华人民共和国药典》2000年版收载为菊科植物紫菀 *Aster tataricus* L. f. 的干燥根及根茎^[1]。具有润肺下气、止咳祛痰的功效,研究表明,紫菀中的紫菀酮是其祛痰镇咳作用的有效成分之一^[2]。因此,准确测定紫菀酮的含量对控制药材紫菀的质量具有重要意义。目前《中华人民共和国药典》2000年版中,紫菀中紫菀酮含量的测定方法采用薄层扫描法,经过试验制定出了紫菀中紫菀酮含量测定的 HPLC方法,本方法操作简便、快速、准确,可作为紫菀中紫菀酮的定量分析方法。

1 仪器与试药

HP1100型高效液相色谱仪, G1311A四元泵, G1322A脱气机, G1314A VWD可变波长检测器, HP Rev. A. 0501化学工作站。

甲醇、乙腈为色谱纯,紫菀酮对照品由上海中药所

提供(纯度为 98.6%),紫菀饮片由天津市饮片厂提供。

2 方法与结果

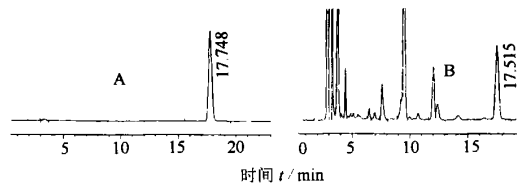
2.1 色谱条件: Zorbax C₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 100% 乙腈为流动相, 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 200 nm。对照品及样品色谱图见图 1。

2.2 标准溶液的制备: 精密称取紫菀酮对照品约 25 mg 于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释定容至刻度, 摇匀。再从中分别精密吸取 0.5, 1, 1.5, 2, 3, 4, 5 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释定容至刻度, 摇匀。

2.3 线性关系考察: 分别吸取各浓度的标准液 20 μL 进样, 以峰面积(Y)为纵坐标, 溶液浓度(X)为横坐标作图, 得紫菀酮的回归方程为 $Y=2.490\times 10^4X+125.1$, $r=0.9999$, 线性范围为 49.8~498 μg/mL ($n=2$)。

* 收稿日期: 2003-04-15

* 通讯作者



A-对照品 B-供试样品
A-reference substance B-samples

图 1 对照品及紫菀样品 HPLC图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of reference substance (A) and samples (B)

2.4 精密度试验: 取浓度约为 0.3 mg/mL 的对照品溶液, 连续重复进样 6 次, 测得紫菀酮峰面积的 RSD= 0.56%。

2.5 重现性试验: 取样品按 2.8 项下方法操作, 平行操作 6 份, 测得紫菀中紫菀酮含量平均值为 0.1705%, RSD= 1.73%。

2.6 稳定性试验: 取一样品按 2.8 项下操作, 分别于 0, 2, 4, 6, 8 h 进样, 测得紫菀酮含量平均值为 0.174%, RSD= 0.94%, 结果表明样品在 8 h 内稳定。

2.7 回收率试验: 样品按 2.8 项下方法操作, 分别精密加入不同量的紫菀酮对照品, 同法进样, 测得紫菀酮的平均回收率为 98.10%, RSD= 1.44% (n= 3)。

2.8 样品测定: 将不同批次的饮片分别粉碎, 各取 3 g 样品, 精密称定, 用氯仿回流提取 2 h, 提取液浓缩至干, 用甲醇加热 (40℃) 超声溶解, 滤过, 转移至 25 mL 容量瓶中, 甲醇稀释定容至刻度, 摇匀, 作为样品溶液, 进样量 20μL, 结果见表 1。

表 1 紫菀中紫菀酮的含量

Table 1 Content of shionone in *A. tataricus*

样品号	含量 %	折合干品含量 %
1	0.152	0.168
2	0.170	0.186
3	0.185	0.202
4	0.172	0.183

3 讨论

3.1 由于紫菀酮的特殊结构^[3], 其吸收主要集中在短波长处, 在 200 nm 处有最大吸收, 所以把测定波长定为 200 nm。同时用乙腈为流动相, 可以减少测定干扰。紫菀酮在 200 nm 处吸收度大, 其色谱峰与其他色谱峰分离度好。因此本方法准确度高, 稳定可靠。

3.2 从紫菀酮结构分析, 其脂溶性较强。比较了紫菀的乙醚提取法和氯仿提取法, 结果表明氯仿的提取率较高, 因此采用氯仿回流提取。并且提取、浓缩后的样品采用甲醇溶解, 而没有选用乙腈, 因为紫菀酮在甲醇中溶解度较大, 使样品溶解完全, 并且在转溶过程中又除去部分极性更低的杂质, 使紫菀酮色谱峰分离无干扰, 与其他峰分离度更好。

3.3 实验结果表明, 本方法操作简便、快速、准确, 可作为紫菀中紫菀酮的定量分析方法。

References

[1] Ch P (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol II .
[2] Lu Y H, Dai Y, Wang Z T, et al. Effective position and constituents of dispel phlegm and codein from *Aster tataricus* L. f. [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 30(5): 360-362.
[3] Xiao P G. *Newly Compiled Records of Chinese Materia Medica* (新编中药志) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2000.

生长调节物质对霍山石斛试管苗生根的影响

石 玮, 罗建平*, 黄秀彦*

(合肥工业大学生物与食品工程学院, 安徽 合肥 230009)

摘 要: 目的 研究不同生长调节物质和有机添加物对霍山石斛原球茎试管再生苗生根的影响。方法 将试管苗分别培养在添加不同浓度的 NAA, IBA, BA, KT, 香蕉泥或氨基酸的 MS 基本培养基中诱导生根, 观察并统计试管苗生根状况。结果 不同 NAA, IBA, BA, KT, 香蕉泥或氨基酸添加浓度对试管苗生根率、根长、生根数及长势的影响有明显差异, 它们的适合浓度分别为 0.2, 0.1, 0.8, 0.8 mg/L, 20% 和 0.1%。结论 NAA, IBA 和香蕉泥对霍山石斛原球茎试管再生苗生根影响较大; 氨基酸, BA 和 KT 对生根作用不明显; KT 有持绿作用。
关键词: 霍山石斛; 试管苗; 生根; 生长调节物质

* 收稿日期: 2002-12-24
基金项目: 安徽省自然科学基金 (00041508)
作者简介: 石 玮 (1977-), 女, 安徽人, 讲师, 硕士, 2001 年获华中农业大学生物化学与分子生物学专业硕士学位, 现于合肥工业大学生物与食品工程学院任教, 发表论文 4 篇, 研究方向为药用植物生物技术。 E-mail: greatwall0564@21cn.com
* 通讯作者