

HPLC 法测定紫菀中槲皮素的含量

苏州医学院附属第一医院(215006) 夏运岳* 金卫坤 陈幼亭 吴爱勤

摘要 用反相 HPLC 法测定了紫菀中槲皮素的含量。实验采用 ODS 柱,以 0.4% 磷酸溶液-甲醇 (1:1) 为流动相,360 nm 为检测波长,用外标法测定。回收率为 97.39%,RSD 0.39%,线性范围为 8~40 $\mu\text{g/mL}$ 。本法快速、简便、重现性好,可用于原材料的质量控制。

关键词 紫菀 槲皮素 高效液相色谱法 含量测定

紫菀 *Aster tataricus* L. f. 具有祛痰、镇咳、抗菌、抗癌作用^[1],是化痰止咳制剂的重要组份,其中的有效成分槲皮素具有抗自由基、抗氧化、抗癌防癌、抗菌抗病毒、抗炎抗过敏、抗糖尿病并发症等多种生物活性及药理作用,且无毒无害^[2]。目前尚未见有紫菀中槲皮素含量测定的报道,为了开发传统中药材的潜力,我们对紫菀中的槲皮素作了含量测定。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪(配备 484 检测器,810 型软件操作处理系统)。

槲皮素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 081-9003),经色谱分析为单一色谱峰,所用试剂均为分析纯,水为纯水,紫菀由本院中药房提供。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:Nova-Pak C_{18} , 3.9 mm $\times$ 150 mm(Waters 公司);流动相:甲醇-0.4% 磷酸(1:1);检测波长为 360 nm;流速 1.0 mL/min;进样量 10 μL ;柱温为室温。

在此条件下,槲皮素的保留时间为 4.5 min,与样品中其他成分达到了较好的分离,见图 1。

2.2 标准曲线制备:精密称取干燥至恒重的槲皮素对照品适量(约 10 mg),用甲醇定容至 50 mL 容量瓶中,作为对照品贮备液(置暗处保存),再分别准确吸取上述贮备液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 置 25 mL 容量瓶

中,用甲醇稀释至刻度,然后再用微量进样器分别准确吸取 10 μL 注入高效液相色谱仪,记录色谱图,测定峰面积。以槲皮素的峰面积对浓度进行直线回归计算,得回归方程为: $A = 24356C - 44007$, $r = 0.9998$,峰面积与浓度的线性范围为 8~40 $\mu\text{g/mL}$ 。

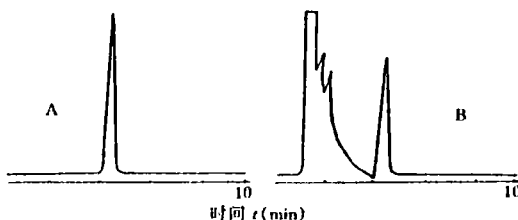


图 1 样品色谱图

A-槲皮素标准品 B-样品

2.3 样品测定:取紫菀粉末 4.0 g,加 70% 乙醇 60 mL,浸泡 6 h,过滤,滤液蒸干,再加甲醇 20 mL、4% 硫酸溶液 20 mL,使之溶解。置水浴中加热回流 3 h,放冷,转移至 50 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀后用 0.5 μm 滤膜滤过,分别吸取此溶液与对照品溶液各 10 μL 进样,样品测定值与对照品测定值进行比较,结果含量为 0.104 mg/g ($n = 5$), RSD=4.67%。

2.4 回收率试验:精密称取已知含量的紫菀粉末,加入一定量的槲皮素对照品,按样品测定方法处理进行测定,计算回收率,结果为 97.39% ($n = 3$),RSD=0.39%。

2.5 精密度试验:对于同一槲皮素对照品,在上述色谱条件下,连续进样 6 次,结果求得

* Address: Xia Yunyue, The First Affiliated Hospital of Suzhou Medical College, Suzhou

RSD 为 1.6%,说明系统稳定性良好。

2.6 重现性试验:按样品测定方法,对同一批号样品进行 5 次平行试验,结果得 RSD 为 2.48%,说明本法的重现性良好。

2.7 稳定性试验:在室温条件下,将本品按测定方法处理后,每间隔 1 h 测定一次溶液的浓度,求算其含量,以第一次测得的含量为百分之一百计,其余与此比较计算百分率。结果 4 h 的相对含量为 99.17%,可见在 4 h 内溶液的浓度基本不变,溶液较为稳定。

3 讨论

3.1 槲皮素在植物体内以槲皮素甙的形式存在,必须经过酸水解成槲皮素后才能检测

出。槲皮素一般难溶于水,但易溶于醚、醇等,所以我们选择甲醇加硫酸为提取液。

3.2 1 g 紫菀样品,加 15 mL 乙醇,分别通过室温浸泡 6 h 及水浴上回流 3 h,槲皮素的提取均可达到平衡。前者时间稍长,但操作方便。

3.3 我们曾用无水乙醇及 60%、70%乙醇进行提取实验,结果 70%乙醇提出率最高。

参 考 文 献

1 江苏新医学院主编. 中药大辞典. 上海:上海科学技术出版社,1979. 2348

2 刘诗平,等. 中草药,1991,22(4):182

(1996-03-26 收稿)

Determination of Quercetin in Tatarian Aster(*Aster tataricus*)by HPLC

Xia Yunyue, Jin Weikun, Chen Youting, et al

Rp-HPLC method was developed for the determination of quercetin in *Aster tataricus* L. f. . ODS column was used with a mobile phase of methanol-0.4% phosphoric acid(1 : 1)and detected at 360 nm. The flow rate was 1.0 mL/min. External standard was used and the calibration curve was linear over the range 8~40 µg/mL($r=0.9998$). The extraction recovery was 97.39%(RSD=0.39%). The method was simple, rapid, and well reproducible. It can be used as a reliable method for the quality control of raw material.

抗感宁冲剂质量标准的研究

军事医学科学院毒物药物研究所(北京 100850) 袁珊琴* 董剑英 杨振生 顾国明

摘 要 采用 TLC 法对抗感宁冲剂中鱼腥草、大黄和片姜黄进行了鉴别试验;用双波长薄层扫描法对冲剂中大黄素进行定量分析。结果表明:本方法准确,重现性好,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 抗感宁冲剂 TLC 大黄素 薄层扫描法

抗感宁冲剂系由鱼腥草、大黄等 8 味中药组成的复方制剂,具有清热解表、镇惊止痛的功能。临床用于治疗感冒发烧和流感等症。为控制该方的质量,对方中 3 味药进行了定性鉴别,并对方中大黄素进行了定量分析,结

果满意。

1 仪器与试药

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津),硅胶 G 预制板(青岛海洋化工厂);大黄对照药材、大黄素、大黄酸对照品(中国药品

* Address: Yuan Shanqin, Institute of Pharmacology and Toxicology, Academy of Military Medical Sciences, Beijing