

表 3 普通粉与超细微粉比表面积的比较 (m<sup>2</sup>/g)

药材	普通粉 D <sub>90</sub>	超细微粉 D <sub>90</sub>
苍术	0.364	0.586
黄柏	0.264	0.606
二妙丸	0.231	0.664

采用超细微粉化技术关键是植物细胞的破壁情形。图 2是两种粉碎方法的显微鉴别照片。苍术、黄柏及二妙丸两种粉碎方式得到的粉末在同样放大倍

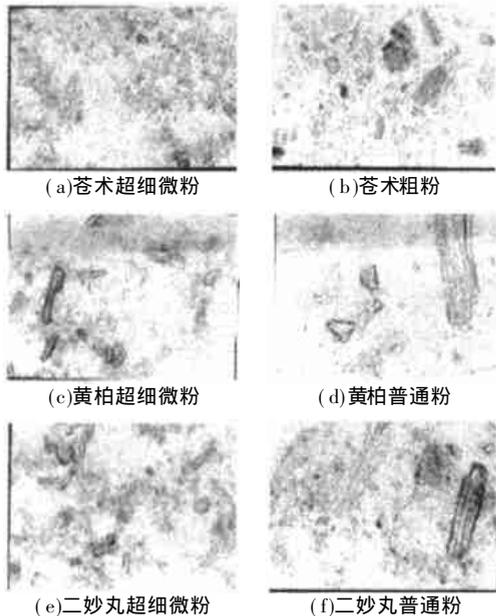


图 2 苍术、黄柏及二妙丸生物显微鉴别照片

数下有很大差别。普通粉在显微镜下能明显观察到鲜黄色晶鞘纤维、分枝状石细胞,且层纹明显。木栓细胞连接;相反超细微粉虽然也能观察到石细胞,但绝大多数已破碎,未见成束晶鞘纤维,但草酸钙方晶散在,木栓细胞与薄壁细胞均破碎。图 2表明采用超细微粉技术可使药材中的有效成分较好地暴露出来,而不再需要通过以往的透壁(膜)释放,从而使药物发挥作用更迅速

#### 4 结论

与普通粉碎方法制得的粉末相比,苍术、黄柏及二妙丸经超细微粉化后,粉末颗粒大小分布均匀,球形度及均质度明显改善;松密度及比表面显著提高,植物细胞破壁率高。药材理化特性的改变对二妙丸的生物药剂学的影响研究将作进一步报道

#### 参考文献:

- [1] 骆苏芳,翁甲丰,洗显秀,等. 浅谈超微细中药粉体 [J]. 中药材, 1999, 22(4): 209-211.
- [2] 何煜,郭琪,杜晓敏. 中药细胞级微粉碎对体内吸收的影响 [J]. 中成药, 1999, 21(11): 601-602.
- [3] 杜晓敏,刘璐,何煜. 原生药材超细微粉制剂的药效学研究 [J]. 中草药, 1999, 30(9): 680-681.
- [4] 杜晓敏,刘璐,何煜. 中成药传统制剂与超细微粉制剂的药效学比较 [J]. 中成药, 2000, 22(4): 307-309.
- [5] 杨,郭全明,王东昕. 鳖甲超微细粉免疫调节功能实验研究 [J]. 食品科学, 2000, 21(3): 40-42.
- [6] 中国药典 [S]. 2000年版(一部).
- [7] 刘国杰. 药剂学 [M]. 第二版. 北京: 人民卫生出版社, 1985.

## 菊花中黄酮苷的含量分析

刘金旗,吴德林,王 兰,刘劲松,王举涛\*  
(安徽中医学院 药学系,安徽 合肥 230038)

**摘要:** 目的 测定菊花中金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷的含量。方法 高效液相色谱法。结果 亳菊和滁菊中金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷含量为 0.082%~0.124%,杭菊和贡菊为 0.015%和 0.033%。芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷的含量,滁菊和亳菊为 0.012%和 0.027%,而贡菊和杭菊为 0.117%和 0.587%。结论 不同产地的菊花 2 种黄酮苷的含量差别较大。

**关键词:** 菊花,高效液相色谱;金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷;芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)04-0308-03

## Quantitative determination of contents of flavone glycosides in *Chrysanthemum morifolium*

LIU Jin-qi, WU De-lin, WANG Lan, LIU Jin-song, Wang Ju-tao

(Department of Pharmacy, Anhui College of TCM, Hefei Anhui 230038, China)

**Abstract Object** To determine the amount of acacetin-7-O-β-D-glucoside and apigenin-7-O-β-D-glucoside in *Chrysanthemum morifolium* Ramat. from different localities. **Methods** By the use of HPLC.

\* 收稿日期: 2000-07-25

基金项目: 国家“九·五”重点科技项目(攻关)课题 NO. 96-903-02-03

作者简介: 刘金旗(1948-),男,安徽祁门人,毕业于南京药学院(现为中国药科大学),现任安徽中医学院药学系天然药化教研室主任、副教授,主要从事天然药物化学的教学及科研工作。Tel (0551) 2821006-2042

**Results** The contents of acacetin-7-O-β-D-glucoside in Boju<sup>1</sup>, Chuju<sup>2</sup>, Gongju<sup>3</sup> and Hangju<sup>4</sup> were 0.082% ~ 0.124%, 0.015% and 0.033% respectively; the contents of apigenin-7-O-β-D-glucoside in Chuju, Boju, Gongju and Hangju were 0.012%, 0.027%, 0.117% and 0.587% respectively.

**Conclusion** The contents of the two flavone glycoside in *C. morifolium* from different localities were markedly different.

**Key words** *Chrysanthemum morifolium* Ramat.; acacetin-7-O-β-D-glucoside; apigenin-7-O-β-D-glucoside

1. Product from Bo county, Anhui Province
2. Product from Chu county, Anhui Province
3. Product from She county, Anhui Province
4. Product from Zhejiang Province

菊花为常用中药,具有疏风、清热、明目解毒的功效,可用于治疗高血压和冠心病<sup>[1]</sup>。中国药典(2000年版)菊花项下按照产地和加工方法不同,记载了亳菊、滁菊、杭菊和贡菊,原植物均为 *Chrysanthemum morifolium* Ramat. 菊花的挥发油分析已有报道<sup>[2]</sup>,另据文献<sup>[3]</sup>对不同杭菊的挥发油,木犀草素、氨基酸等进行了分析,中国药典(2000年版)以绿原酸为对照品对菊花进行了质量分析,但菊花中总黄酮的含量高<sup>[4]</sup>,而且是菊花治疗高血压和冠心病的主要有效成分。本实验就菊花中的黄酮苷——金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷和芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷进行了含量测定,为全面有效地建立菊花药材的质量标准提供了依据

### 1 仪器和试剂

**仪器:** HP1100高效液相色谱仪(包括 G1311A四元泵, G1315A二极管阵列检测器, G1328A手动进样品, HP1100化学工作站)

**试剂:** 金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷和芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷对照品均为自制,菊花药材由本系中药教研室王德群教授提供并鉴定。甲醇为色谱纯,水为重蒸水,其余试剂均为分析纯

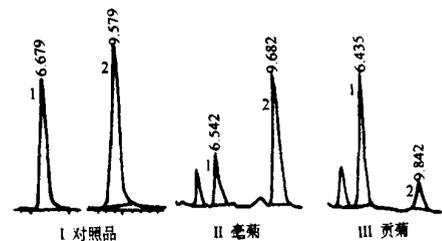
### 2 方法与结果

**2.1 色谱条件:** 色谱柱, Symmetry Shield<sup>TM</sup> RP8 (150 mm× 3.9 mm, Waters); 流动相: 甲醇-水 (49: 51), 流速: 1 mL/min; 检测波长: 333 nm; 柱温: 室温; 进样量: 5μL, 理论塔板数按金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷计不低于 7 000, 按芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷计不低于 6 500

**2.2 标准曲线的制备:** 精密称取金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷 2.25 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解至刻度, 摇匀 (0.09 mg/mL), 精密吸取 0.09 mg/mL 对照品溶液 0.1, 1.0, 3.5, 7.5, 10.0 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。分别精密吸取 10μL, 注入高效液相色谱仪, 依法测定峰面积, 以对照品进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标

准曲线, 回归方程为:  $Y = 1.1135X - 2.7408$ ,  $r = 0.9999$ , 线性范围 0.009~0.9 μg。精密称取芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷 4.86 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解至刻度, 摇匀 (0.1949 mg/mL), 精密吸取 0.1944 mg/mL 对照品溶液 0.1, 1.0, 5.0, 7.5, 10.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。分别精密吸取 10μL, 注入色谱仪, 测定峰面积, 回归方程为  $Y = 1.2866X - 17.1326$ ,  $r = 0.9994$ , 线性范围 0.01944μg~1.944μg, 见图 1H。

**2.3 样品的测定:** 精密称取菊花粉末 1 g, 置改良索氏提取器中, 加甲醇 50 mL, 回流提取 4 h, 甲醇溶液蒸干, 残渣用适量甲醇溶解, 过滤于 25 mL 量瓶内, 并用甲醇洗涤残渣, 洗液一并滤入量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。供试品溶液用 0.45 μm 滤膜过滤, 精密吸取 5μL 进样, 按上述色谱条件测定峰面积, 代入回归方程计算含量, 结果见表 1, 2; 样品色谱图见图 1H, III。



1 芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷  
2 金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷

图 1 对照品与样品 HPLC 图

**2.4 精密度试验:** 分别吸取金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷和芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷对照品各 5μL 重复进样 5 次进行分析, 测定峰面积, 结果金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷  $RSD = 0.43%$  ( $n = 5$ ); 芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷  $RSD = 0.71%$  ( $n = 5$ ).

**2.5 重现性试验:** 取同一份样品(亳菊), 按样品测定方法(计算含量), 重复 5 次。其中金合欢素-7-O-β-D-葡萄糖苷  $RSD = 2.63%$  ( $n = 5$ ); 芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖苷  $RSD = 0.99%$  ( $n = 5$ ).

表 1 国内常见菊花品种含量测定结果 ( $n=3$ ) (%)

样品(产地)	金合欢素 $-7-O\beta-D$ 葡萄糖苷	芹菜素 $-7-O\beta-D$ 葡萄糖苷
	$D$ 葡萄糖苷	$-D$ 葡萄糖苷
亳菊(安徽亳州)	0.124 9	0.027 4
滁菊(安徽全椒)	0.082 6	0.012 6
杭白菊(浙江桐乡)	0.015 7	0.587 7
贡菊(安徽歙县金竹岭)	0.033 5	0.117 7
济菊(山东嘉祥)	0.085 1	0.016 3
祁菊(河北安国)	0.257 3	0.107 5
野菊(安徽全椒)	0.016 5	0.044 6
杭黄菊(浙江桐乡)	0.018 8	0.077 0

表 2 国内主要商品菊花药材含量测定结果 ( $n=3$ ) (%)

样品(市场)	金合欢素 $-7-O\beta-D$ 葡萄糖苷	芹菜素 $-7-O\beta-D$ 葡萄糖苷
	$D$ 葡萄糖苷	$-D$ 葡萄糖苷
亳菊(安徽亳州市场)	0.126 0	0.013 5
滁菊(安徽全椒市场)	0.078 9	0.013 6
杭菊(安徽亳州市场)	0.023 4	0.699 7
贡菊(安徽亳州市场)	0.035 8	0.124 8

2.6 加样回收试验:称取已测知含量的贡菊粉末 6 份,每份 1 g,分别加入对照品金合欢素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷 (0.18 mg/mL) 1.5, 2.0 mL; 芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷 (0.58 mg/mL) 1.0, 2.0 mL,按样品测定项下方法进行测定,分析,结果平均回收率金合欢素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷为 99.74%,  $RSD=0.69%$  ( $n=6$ ); 芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷为 98.48%,  $RSD=1.30%$  ( $n=6$ )

2.7 检测波长的选择:对照品芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷的紫外最大吸收峰为 333 nm,金合欢素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷的紫外最大吸收峰为 324 nm,经实验,选用 333 nm 为检测波长,效果较好。

2.8 稳定性试验:将同一样品溶液(亳菊),于 1, 2, 3 d 分别测定峰面积,结果金合欢素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷

糖苷  $RSD=2.53%$  ( $n=3$ ); 芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷  $RSD=2.86%$  ( $n=3$ )

### 3 讨论

3.1 样品的制备:曾试用 25 mL 量瓶超声提取,因不同菊花粉末加甲醇后溶胀的残渣体积差别较大,影响提取液体积的变化,因而采用索氏回流提取法,回流 4 h 后,所测化学成分已经提取完全。

3.2 从含量结果分析,亳菊、滁菊中金合欢素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷的含量明显高于芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷,杭菊和贡菊则相反,这可能与菊花的产地有关。亳菊、滁菊产于长江以北,杭菊、贡菊产于长江以南。从济菊与祁菊的结果分析,也有这种趋势。另外,杭白菊与杭黄菊之间差别较大,杭白菊中的芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷比杭黄菊高出近 8 倍,商品杭菊主要来自杭白菊,各商品菊花药材含量与产地菊花品种之间差别很小。

3.3 运用 HPLC 同时测定菊花中金合欢素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷和芹菜素  $-7-O\beta-D$  葡萄糖苷的含量,分离良好、快速、准确、重现性好,对菊花药材的质量控制,专属性较强,为全面有效地建立菊花药材的质量标准提供了依据。

#### 参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典(下册) [M]. 上海: 上海科技出版社, 1997.
- [2] 张广强, 刘伟, 常广福. 不同产地菊花中挥发油含量测定及 GC 分析 [J]. 中药材, 1990, 13(2): 31-33.
- [3] 邢振荣, 马全民, 浓雁书, 等. 不同品种及产地杭菊成分测定 [J]. 中草药, 1992, 23(3): 129-130.
- [4] 汪民海. 安徽产三种菊花总黄酮量的比色测定 [J]. 基层中药杂志, 1997, 11(2): 37-38.

## RP-HPLC 法测定不同部位灵芝中灵芝酸 B 含量

丁平, 张丹雁, 徐鸿华\*

(广州中医药大学中药学院, 广东 广州 510405)

摘要: 目的 测定灵芝中具有苦味的成分灵芝酸 B 在灵芝中不同部位的含量。方法 采用 RP-HPLC 法测定灵芝菌盖的表皮层、木栓层、菌柄、孢子粉、菌盖子实体等部位中灵芝酸 B 的含量。结果 灵芝药材中灵芝酸 B 主要集中在灵芝的表皮部位, 其它部位则较少。结论 为寻找灵芝的有效成分分布规律提供了客观依据。

关键词: RP-HPLC 法; 灵芝; 灵芝酸 B

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)04-0310-03

\* 收稿日期: 2000-06-12

基金项目: 广东省科委资助项目 9773003-02-01

作者简介: 丁平 (1965-), 女, 35 岁, 副研究员, 主要从事中药资源及药材质量标准的研究工作。