

Tradit Herb Drugs (中草药), 1994, 25 (2): 101-105.

- [4] Lei H M, Zhu R, Wei L X. Chemical constituent of *Patrinia heterophylla* [J]. *Chin Pharm J* (中国药学杂志), 1997, 32 (5): 271-273.
- [5] Chen J X. Study on the anti-tumour function of *Patrinia* total saponins tablets [J]. *Chin J Tradit Med Sci Technol* (中国中医药科技), 1999, 6 (5): 299.
- [6] Chen M Z. Colorimetric assay of oleanolic acid tablets [J].

Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 1981, 12 (9): 13-14.

- [7] Mi H M, Gao W, Duan C H. Determination of oleanolic acid in *Aralia elata* (Mia.) Seem. by TLC-densitometry [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1993, 18 (1): 41-42.
- [8] Zhang D K, Sun W J, Sha Z F. Comparison of oleanolic acid content among 35 medicinal plants [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 1989, 12 (12): 19-27.

HPLC 法测定蔓荆子中的紫花牡荆素

田振坤, 王连芝, 尹永琴, 闫广利

(黑龙江中医药大学 中医药研究部, 黑龙江 哈尔滨 150040)

蔓荆子为马鞭草科植物单叶蔓荆 *Vitex trifolia* L. var. *simplicifolia* Cham. 或蔓荆 *V. trifolia* L. 的干燥成熟果实, 具有疏散风热、清利头目之功效^[1]。主产于我国华北、华南、华东等沿海各省, 传统上认为山东产蔓荆子为道地药材, 品质佳^[2]。蔓荆子作为《中华人民共和国药典》收载药品, 但没有定量指标。本实验收集了 12 个产地的蔓荆子药材生品, 以紫花牡荆素为指标^[3], 采用 HPLC 法对其进行测定, 建立了蔓荆子药材的含量测定方法。

1 实验材料

1.1 仪器: Waters 600E—2487 型高效液相色谱仪, Millennium 32 色谱处理系统, TP—205B 超声波清洗机, FA1104 电子分析天平。

1.2 试剂: 紫花牡荆素对照品 (自提), 经光谱鉴定, HPLC 分析, 其纯度为 99.6%; 所用甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂为分析纯。

1.3 药材: 蔓荆子药材分别在 12 个产地采购 (山东牟平、福建莆田、浙江青田、湖南湘阴、河北任县、山东崂山、山东青岛、江西星子、江西都昌、辽宁大连、安徽安庆和山东日照), 经黑龙江中医药大学鉴定教研室鉴定为单叶蔓荆 *V. trifolia* L. var. *simplicifolia* Cham. 的果实。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Hypersil ODS-2 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温: 30 ℃; 流动相: 甲醇-水 (62:38); 检测波长: 350 nm; 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL。理论塔板数按紫花牡荆素色谱

峰计算应不低于 4 000。HPLC 图谱见图 1。

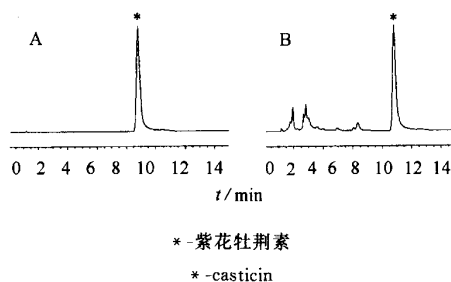


图 1 紫花牡荆素 (A) 和蔓荆子 (B) 的 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of casticin (A) and *Fructus Viticis* (B)

2.2 供试品溶液制备: 精密称取蔓荆子药材粉末 (40 目) 1 g, 精密加入甲醇 30 mL, 水浴回流提取 2 h, 滤过, 滤液定量转移至 50 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 线性关系考察: 精密称取紫花牡荆素对照品适量, 用甲醇配制成 0.1 mg/mL 的对照品溶液。分别精密吸取上述对照品溶液 0.5、2.0、4.0、6.0、8.0 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 按上述色谱条件进样。以峰面积为纵坐标, 紫花牡荆素的质量为横坐标绘制标准曲线, 回归方程: $Y = 3\,423.8 + 491\,015.4 X$, $r = 0.999\,9$ 。结果表明, 紫花牡荆素在 0.052~0.892 mg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 取同一质量浓度的紫花牡荆素对照品溶液, 重复进样 5 次, 测定峰面积积分值, 结果其 RSD 为 0.66%, 表明仪器的精密度良好。

收稿日期: 2004-08-05

基金项目: “九五”国家重点科技攻关计划项目 (999290132)

作者简介: 田振坤 (1955—), 男, 黑龙江人, 黑龙江中医药大学中医药研究部部长, 主要从事中药药效物质基础及其质量标准的研究。
Tel: (0451) 82114403

2.5 重现性试验:精密称取同一产地蔓荆子 5 份,每份 1 g,依 2.2 项下方法操作并测定紫花牡荆素的质量分数,结果 RSD 为 1.59%,表明该方法重现性较好。

2.6 稳定性试验:精密称取蔓荆子粉末 1 g,依照 2.2 项下方法制备供试品溶液,每隔 2 h 进样一次,共进样 5 次,结果紫花牡荆素的峰面积 RSD 为 2.77%,表明样品溶液在 8 h 内稳定。

2.7 回收率试验:精密称取已测知含量的样品 5 份,每份 0.5 g,分别精密加入紫花牡荆素对照品溶液 0.5 mL (质量浓度为 1.036 mg/mL),按 2.2 项下方法测定,结果紫花牡荆素的平均回收率为 99.23%,RSD 为 2.12%。

2.8 样品测定:称取各产地的蔓荆子药材粉末,每份 1 g,按 2.2 项下方法处理,精密吸取 10 μ L 进样测定,结果见表 1。

3 讨论

3.1 紫花牡荆素的紫外吸收光谱图分别在 210、258、350 nm 处有吸收峰,350 nm 吸收峰峰域宽,吸收值较高,且干扰少,故选择在 350 nm 处进行蔓荆子中紫花牡荆素的测定。

3.2 本实验考察了索氏提取、水浴回流提取、超声

表 1 不同产地蔓荆子中紫花牡荆素测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of casticin in *Fructus Viticis* from different habitats ($n=3$)

序号	来源	紫花牡荆素 /(mg · g ⁻¹)	序号	来源	紫花牡荆素 /(mg · g ⁻¹)
1	江西星子	1.84	7	安徽安庆	1.27
2	山东日照	1.97	8	山东青岛	2.72
3	山东崂山	1.85	9	福建莆田	0.78
4	河北任县	0.59	10	浙江青田	0.76
5	湖南湘阴	1.35	11	辽宁大连	1.99
6	山东牟平	1.12	12	江西都昌	0.75

提取、冷浸提取 4 种提取方法,结果以回流提取效果好,供试品中紫花牡荆素质量分数高。

3.3 在以水浴回流为提取方法的基础上,考察了提取溶剂和提取时间,结果以甲醇为溶剂,水浴回流提取 2 h,可将样品中紫花牡荆素提取完全。

3.4 在实验过程中,试用了甲醇-水、乙腈-水不同比例为流动相系统,结果以甲醇-水 (62 : 38) 系统分离效果好,具有出峰快,分析时间短的特点。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2000.
- [2] Ran X D. *Comprehensive Lexicon of Chinese Materia Medica* (中华药海) [M]. Harbin: Harbin Publishing House, 1993.
- [3] Zheng H Z, Dong Z H, She J. *Modern Research and Clinical Application of Chinese Materia Medica* (中药现代化研究与临床应用) [M]. Vol 5. Beijing: Xueyuan Press, 1998.

金莲花茎叶不同生长期总黄酮的测定

苏连杰¹,杨书彬¹,苏志伟²,李 滨¹,马世堂³

(1. 黑龙江中医药大学,黑龙江 哈尔滨 150040; 2. 哈尔滨同一堂药业有限公司,黑龙江 哈尔滨 750000;
3. 牡丹江医学院,黑龙江 牡丹江 150000)

金莲花 *Trollius chinensis* Bunge 为毛茛科金莲花属植物,其花具有明显的清热解毒作用,民间用以治疗扁桃体炎、急性中耳炎、急性结膜炎、急性淋巴管炎等,近代药理研究表明,金莲花对绿脓杆菌、痢疾杆菌、金黄色葡萄球菌等均有明显的抑制作用^[1]。金莲花传统药用部位是花,其他部位还未被开发利用,但花产量低,如能将茎叶一起应用,能充分利用和扩大药物资源,在肯定了金莲花茎叶有明显的抑菌活性后^[2],本研究对金莲花茎叶不同生长期总黄酮的含量进行了测定,结果其总黄酮质量分数从 5~8 月呈递减趋势,在 5 月中旬至 6 月上旬较高。

1 仪器与试剂

日本岛津 UV—260 自动扫描可见紫外分光光度计。芦丁对照品(中国药品生物制品检定所);亚硝酸钠、氢氧化钠、硝酸铝均为分析纯;金莲花茎叶采于大兴安岭,经黑龙江中医药大学药用植物教研室于加宾教授鉴定为金莲花 *T. chinensis* Bunge。

2 方法和结果

2.1 供试品溶液的制备:精密称取干燥至恒重的不同生长期金莲花茎叶 2.5 g,于索氏提取器中,加乙醚脱脂后,用甲醇回流提取至无色,提取液浓缩后定容于 50 mL 量瓶中。