

紫外分光光度法测定松果菊提取物中多酚

杨雁芳, 艾铁民

(北京大学药学院, 北京 100083)

松果菊 *Echinacea purpurea* (L.) Moench 为菊科松果菊属药用植物, 原产北美, 是印第安人的传统药材。由于其具有显著的抗感染与免疫促进作用, 近年来在西方应用广泛, 成为闻名世界的“免疫”草药。国内外有关松果菊的化学成分的研究报道较多, 证实其含有多糖、多酚、咖啡酸衍生物、挥发油、烷基酰胺、类黄酮等成分^[1~3]。目前我国学者对松果菊的药用研究和质量控制越来越重视, 已有报道对松果菊中的菊苣酸、松果菊苷和挥发油进行测定^[4~7]。本实验采用紫外分光光度法测定了松果菊提取物中的多酚, 进一步完善了松果菊的质量标准研究。

1 材料与仪器

松果菊提取物由北京市怀柔区药用植物研究所提供。Ling Guang UV-752 型分光光度计(上海精密科学仪器有限公司)。试剂均为分析纯, 没食子酸对照品购自 Sigma 公司(质量分数为 98.7%)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备: 精密称取没食子酸对照品 25 mg 于 50 mL 量瓶中, 丙酮-水(1:1)溶解并加至刻度, 得到 0.5 mg/mL 的对照品溶液。精密吸取该溶液 1 mL 于 10 mL 量瓶中, 加入丙酮-水(1:1)至刻度, 配成 50 μ g/mL 对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备: 取松果菊提取物 0.2 g, 精密称量, 加入 80 mL 丙酮-水(1:1), 置水浴中煮沸浸提 30 min 后, 趁热抽滤, 冷却后定容至 100 mL。

2.3 标准曲线的制备: 精密吸取上述对照品溶液 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 于 25 mL 量瓶中, 依次加入 0.100 mol/L 三氯化铁溶液 0.5 mL、0.008 mol/L 铁氰化钾溶液 0.5 mL 和 0.10 mol/L 盐酸溶液 0.5 mL, 定容, 得到不同浓度的对照品溶液。同时在 25 mL 量瓶中加入 0.100 mol/L 三氯化铁溶液 0.5 mL、0.008 mol/L 铁氰化钾溶液 0.5 mL 和 0.10 mol/L 盐酸溶液 0.5 mL, 定容后得到空白溶液。随行空白, 在 695 nm 波长处测定吸光度。以对照品的质量浓度为纵坐标, 吸光度为横坐标, 绘制标

准曲线, 得线性回归方程 $C=2.1066A-0.0602$, $r=0.9996$, 结果表明没食子酸在 0.4~2.0 μ g/mL 时, 质量浓度与吸光度呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验: 取同一份供试品溶液测定吸光度, 共测 5 次, 结果 RSD 为 0.53% ($n=5$)。

2.5 稳定性试验: 取一份样品按上述方法制备成供试品溶液, 于 0、0.5、1、1.5、2 h 分别测定, 吸光度值 RSD 为 1.42% ($n=3$)。

2.6 重现性试验: 取同一批样品, 精密称取 5 份, 测定吸光度并计算多酚的质量分数, 结果 RSD 为 2.01% ($n=5$)。

2.7 回收率试验: 采用加样回收法。精密称取第 1 批松果菊提取物 0.1 g, 加入 0.5 mg/mL 对照品溶液 3 mL, 按上述样品制备和测定方法测定吸光度, 并计算多酚, 结果平均加样回收率为 96.7%, RSD 为 2.83% ($n=5$)。

2.8 样品测定: 精密吸取供试品溶液 0.5 mL 于 25 mL 量瓶中, 依次加入 0.100 mol/L 三氯化铁溶液 0.5 mL、0.008 mol/L 铁氰化钾溶液 0.5 mL 和 0.10 mol/L 盐酸溶液 0.5 mL, 定容。按标准曲线的制备项下的方法制备空白溶液。随行空白, 在 695 nm 波长处测定吸光度, 并根据标准曲线计算样品中的多酚。按上述样品制备及测定方法测定了 5 批样品中的多酚, 结果见表 1。

表 1 松果菊提取物中多酚测定结果 ($n=3$)Table 1 Determination of polyphenol in *E. purpurea* extract ($n=3$)

批号	多酚/%
1	1.93
2	2.43
3	1.41
4	1.64
5	1.68

3 讨论

3.1 植物多酚的定量方法中较为普遍使用的有 Folin-酚法、普鲁士蓝法、高锰酸钾法、酒石酸亚铁

收稿日期: 2005-01-07

作者简介: 杨雁芳(1975—), 女, 浙江诸暨人, 讲师, 硕士, 2000 年毕业于北京中医药大学, 主要从事中草药的化学成分和质量研究。

Tel: (010) 82801559 E-mail: yangyanfang01@yahoo.com.cn

法等,其中普鲁士蓝法测定总多酚较其他方法灵敏^[8]。本实验采用该方法测定总多酚时,溶液体系均一,工作曲线线性良好,故选用普鲁士蓝法。

3.2 不同的提取溶剂对多酚的提取能力有明显的不同,进而会直接影响多酚含量的测定。文献报道有机溶剂和水的复合体系比较适合多酚的提取,尤以丙酮-水(1:1)最适合^[8,9]。本实验对水和丙酮-水(1:1)的提取效果进行了比较,并进行了水浴和超声提取方法比较以及提取时间的考察,最终确定以丙酮-水溶液(1:1)水浴浸提30 min作为样品提取的方法。

3.3 松果菊中的多酚类成分研究较少,对照品的购买和分离难度较大,无法用HPLC等现代手段进行定量分析。采用紫外分光光度法测定松果菊提取物中的多酚是简单可行的好方法。

References:

- [1] Hobbs C. *The Echinacea Handbook* [M]. Portland: Eclectic Medical Publications, 1989.
- [2] Li J R, Wang B, Qiao L, et al. Studies on water-soluble constituents of *Echinacea purpurea* [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 2002, 37 (2): 121-123.
- [3] Li J R, Gao X F, Ai T M, et al. Lipid compounds from *Echinacea purpurea* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2002, 27 (1): 40-41.
- [4] Bauer R. Standardization of *Echinacea purpurea* expressed juice with reference to chicoric acid and alkamides [J]. *J Herbs Spices Med Plants*, 1999, (6): 51-62.
- [5] Wang H, Liu W Z, Lu X L, et al. Determination of cichoric acid in *Echinacea purpurea* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2002, 27 (6): 418-420.
- [6] Wang H, Wang X W, Chen S Z, et al. Physiochemical identification of three plants of *Echinacea* Moench [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32 (10): 934-936.
- [7] Wang H, Hou J Z, Cheng S Z, et al. Studies on chemical constituents in essential oil from *Echinacea purpurea* [J]. *China Inf J Chin Tradit Med* (中国中医药信息杂志), 2002, 9 (5): 42-43.
- [8] Shi B, Di Y. *Plant Polyphenol* (植物多酚) [M]. Beijing: Science Press, 2000.
- [9] Yao X S. *Chemistry of Nature Product* (天然产物化学) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1994.

紫外分光光度法测定丰城鸡血藤中总黄酮

余燕影¹, 彭志兵^{1*}, 曹树稳²

(1. 南昌大学 化学系, 江西 南昌 330047; 2. 南昌大学 食品科学教育部重点实验室, 江西 南昌 330047)

丰城鸡血藤, 又名香花崖豆藤 *Millettia nitida* Benth. var. *hirsutissima* Z. Wei, 为江西特色中药材, 具有悠久的入药历史。丰城鸡血藤具有抗凝血酶、促进纤维蛋白溶解, 延长优球蛋白溶解时间等作用, 对凝血系统具有一定的影响; 此外对肝细胞DNA具有促进复制作用, 从而促进肝细胞再生, 恢复肝功能^[1]。黄酮类化合物为丰城鸡血藤主要活性成分之一^[2]。目前, 天然产物中黄酮类化合物的测定方法主要有高效液相色谱法^[3]和比色法^[4]。高效液相色谱法主要用于测定单一黄酮类成分; 比色法主要用于测定总黄酮, 而比色法大多以芦丁为对照品, 采用NaNO₂-Al盐-NaOH显色体系在可见光区测定。已有文献报道此方法测定总黄酮专属性差^[5]。本实验根据丰城鸡血藤中黄酮化合物主要成分的结构特征和光谱特性, 在上述方法的基础上进行改进, 采用紫外分光光度法测定, 结果满意。

1 仪器、试剂与材料

TU-1800紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司)。试剂均为分析纯, 所用水均为一次蒸馏水。芦丁对照品购自中国医药(集团)上海化学试剂公司。丰城鸡血藤采自江西省丰城市罗山乡, 经南昌大学生物系植物教研室杨柏云教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 测定波长的选择: 将芦丁对照品和供试品溶液按实验方法操作, 在200~600 nm进行波长扫描。结果表明, 对照品和供试品的络合物在271 nm处有最大吸收, 且光谱形状极为相似, 形成的络合物在常温下稳定性较好, 满足分光光度法测定的基本要求, 因此, 选定271 nm作为测定波长。

2.2 pH值的影响: 试验了不同酸度条件下对络合物吸光度的影响, 见图1。结果表明, 在pH 2~11时, 溶液的吸光度最大且稳定。故选中性条件下进

收稿日期: 2005-01-31

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(20262004); 江西省教育厅资助项目(赣财教[2003]73号)

作者简介: 余燕影(1963—), 女, 江西金溪人, 副教授, 主要从事天然产物活性成分分离分析及生物活性研究。

* 南昌大学 2004 届毕业生