

RP-HPLC 法同时测定野菊花中木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷

谭晓杰¹, 贾英², 李清¹, 陈晓辉¹, 毕开顺¹

(1. 沈阳药科大学药学院, 辽宁 沈阳 110016; 2. 沈阳药科大学中药学院, 辽宁 沈阳 110016)

野菊花为菊科植物野菊 *Chrysanthemum indicum* L. 的头状花序, 作为常用中药收载于《中国药典》2005年版中。味苦、辛, 性凉, 清热解毒、疏风平肝, 用于疮痍、痈肿、丹毒, 风热感冒, 咽喉肿痛, 高血压眩晕, 头痛等症。野菊花中富含黄酮类化合物, 木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷为其中的代表性成分。据报道, 木犀草素-7-O-葡萄糖苷对黄嘌呤氧化酶具有强的抑制活性, 对 cAMP 磷酸二酯酶的 IC_{50} 为 $79 \mu\text{mol/L}$ ^[1]。蒙花苷又名野菊花黄酮苷, 其具有抑制磷酸二酯酶作用, 醛糖还原酶抑制作用, 保肝作用, 并对慢性气管炎有一定疗效^[1]。两者均为野菊花中的主要成分, 量较高, 本研究选择木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷作为指标性成分, 采用 RP-HPLC 法同时测定木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷, 为野菊花药材的质量控制提供方法。

1 仪器与试剂

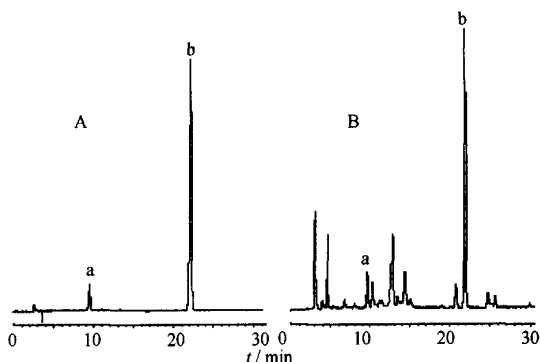
Agilent 1100 系列高效液相色谱仪; Chemstation 色谱工作站。

木犀草素-7-O-葡萄糖苷(自制, 质量分数大于 98%)、蒙花苷(购自中国药品生物制品检定所), 乙腈和磷酸为色谱纯, 水为二次蒸馏水。从不同产地收集 9 批野菊花药材(表 1), 均经沈阳药科大学孙启时教授鉴定确认为正品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Shim-pack VP-ODS (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: A 相为 0.04% 磷酸水溶液, B 相为乙腈, 进行梯度洗脱, 在 0~20 min, B 相从 20% 线性改变至 30%, 20~30 min, B 相从 30% 线性改变至 40%, 柱温: 室温; 紫外检测波长: 348 nm; 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μL 。对照品及样品色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 取木犀草素-7-O-葡萄糖苷约 1.0 mg, 精密称定, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 再精密移取 1.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释并定容至刻度, 摇匀, 即得



a-木犀草素-7-O-葡萄糖苷 b-蒙花苷
a-luteolin-7-O-glycoside b-linarin

图1 对照品(A)和样品(B)色谱图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of reference substance (A) and sample (B)

质量浓度为 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 的木犀草素-7-O-葡萄糖苷对照品溶液。取蒙花苷约 1.0 mg, 精密称定, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 即得 $103.0 \mu\text{g/mL}$ 的蒙花苷对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取野菊花药材粉末 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 60% 乙醇 50 mL, 称定质量, 加热回流提取 1 h, 放冷, 称定质量, 用 60% 乙醇补足减失质量, 摇匀, 精密移取 0.5 mL 置 5 mL 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.4 线性关系的考察: 分别精密移取木犀草素-7-O-葡萄糖苷、蒙花苷对照品溶液 0.1、0.2、0.4、0.8、1.0、2.0 mL 置 5 mL 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀。分别取上述溶液各 20 μL 进样, 在上述色谱条件下进行分析。以各对照品质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线并进行回归计算, 得木犀草素-7-O-葡萄糖苷、蒙花苷标准曲线回归方程分别为: $Y = 23.45 X - 0.76$, $r = 0.9998$, $Y = 27.56 X + 13.92$, $r = 0.9998$ 。木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷分别在 0.2~4.2 和 2.1~41.2 $\mu\text{g/mL}$ 与峰面积呈良好的线性关系。

收稿日期: 2005-11-20

作者简介: 谭晓杰(1978—), 女, 山东省龙口人, 沈阳药科大学助教, 从事中药现代化研究。

Tel: (024) 23986296 E-mail: xiaojiesmail@sina.com

2.5 精密度试验:取木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷混合对照品溶液,在上述色谱条件下,重复进样 6 次,峰面积的 RSD 分别为 0.8%与 0.5%。

2.6 稳定性试验:取样品溶液,于室温下放置,分别在 0、2、4、8、16、24 h 进样,结果表明,木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷在 24 h 内稳定,峰面积的 RSD 分别为 2.0%,0.3%。

2.7 重现性试验:精密量取同一样品 6 份,依“2.4”项下的方法操作,在上述色谱条件下分析测定。木犀草素-7-O-葡萄糖苷平均质量分数 0.25%,RSD 为 2.0%;蒙花苷平均质量分数为 1.64%,RSD 为 1.2%。

2.8 回收率试验:精密称取适量野菊花药材 9 份,分别精密加入一定量的对照品,按“2.4”项下的方法操作,在上述色谱条件下进行分析测定,结果木犀草素-7-O-葡萄糖苷平均回收率为 98.6%,RSD 为 1.8%;蒙花苷平均回收率为 99.4%,RSD 为 1.7%。

2.9 样品测定:按“2.4”项下的方法操作,测定 9 批野菊花中木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷质量分数,结果见表 1。

3 讨论

3.1 本实验采用了超声提取法考察了水、20%乙醇、60%乙醇、80%乙醇、95%乙醇的提取效率,结果表明 60%乙醇提取效率最高;又以 60%乙醇作为提取溶剂比较了回流提取与超声提取两种提取方法,发现回流提取效率大大高于超声提取。在此基础上,考察了回流提取的次数对实验结果的影响,结果表明回流提取一次即可将药材中木犀草素-7-O-葡萄

表 1 木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of luteolin-7-O-glycoside and linarin ($n=3$)

产 地	木犀草素-7-O-葡萄糖苷/%	蒙花苷/%
浙江嘉兴	0.17	1.41
安徽亳州	0.20	2.63
陕西	0.24	1.31
辽宁	0.26	1.63
四川	0.17	0.39
山东	0.32	0.37
山西	0.14	0.36
河北	0.18	0.19
河南	0.25	1.64

糖苷和蒙花苷基本提取完全。

3.2 木犀草素-7-O-葡萄糖苷的最大吸收波长为 348 nm,蒙花苷的最大吸收波长为 326 nm,考虑到木犀草素-7-O-葡萄糖苷色谱峰峰面积较小,为提高对其的检测准确度,选择 348 nm 作为检测波长。

3.3 野菊花应用广泛,《中国药典》2005 年版中采用高效液相色谱法测定蒙花苷的量^[2]。本实验首次建立了高效液相色谱同时测定野菊花中木犀草素-7-O-葡萄糖苷和蒙花苷的分析方法,同时检测两个主要黄酮成分,方法简便、快速、准确,重现性好,可以为野菊花的质量控制提供依据。

3.4 本实验考察了多种流动相系统,结果表明使用乙腈-磷酸水溶液系统可对样品中待测成分得到满意的分离,且分析时间最短。

References:

- [1] Chen H F. *Dictionary of Phyto-Bioactive Compounds* (植物活性成分辞典) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 2001.
- [2] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

RP-HPLC 法测定芒果皮中芒果苷

黄敏琪¹, 甄汉深², 熊万娜², 姜建萍², 党美琼¹

(1. 广西卫生管理干部学院, 广西 南宁 530021; 2. 广西中医学院, 广西 南宁 530001)

芒果系漆树科植物芒果 *Mangifera indica* L., 是我国常见食药两用的中药, 在广西有丰富的资源^[1,2]。在食品中, 以果实见多, 而在药用中以芒果叶的报道较多, 曾有文献报道有关芒果苷的测定方法^[3~6], 但关于芒果皮目前尚未有关于其质量分析

方面的报道。本实验建立 RP-HPLC 外标法测定芒果皮中芒果苷的方法, 并对不同产地的芒果皮进行考察, 为进一步研究开发芒果、开展 GAP 种植提供科学依据。

1 仪器与试药

收稿日期: 2005-12-05

基金项目: 广西科学基金资助项目 (桂科基 0448044)

作者简介: 黄敏琪 (1958—), 女, 广西百色市人, 壮族, 副教授, 研究方向为中药成分及制剂。

Tel: (0771) 2853630 E-mail: gxhmq888@163.com