

HPLC 法测定不同采收期水红花子中的花旗松素

郑宗建, 翟延君*, 张 慧, 康廷国

(辽宁中医药大学药学院, 大连 116000)

摘 要:目的 为确定水红花子最佳采收期, 提高药材质量提供依据。方法 采用 HPLC 法对 10 个不同采收期水红花子中的花旗松素进行测定。色谱条件: Agilent Zorbax-C₁₈ 色谱柱 (200 mm×4.6 mm, 5 μm); 甲醇-0.1% 磷酸水 (40:60) 为流动相; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 25℃; 检测波长 290 nm。结果 花旗松素线性范围为 0.247~2.47 μg ($r=0.9998$), 平均回收率为 99.2%, RSD 为 1.83%。水红花子中花旗松素的量在 10 月中旬最高。结论 10 月中旬为水红花子的最佳采收期, 该测定方法简便快捷、精密度高、准确性好。

关键词:水红花子; 不同采收期; 花旗松素; HPLC 法

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)12-1890-02

水红花子为蓼科植物红蓼 *Polygonum orientale* L. 的干燥成熟果实。除西藏自治区外, 分布几遍全国。本品 1977 年版《中国药典》开始收载, 具有散血消癥, 消积止痛的功效, 主治癥瘕痞块、癰瘤肿痛, 食积不消, 胃脘胀痛等症^[1]。有文献记载水红花子具有抗肿瘤、抑菌、利尿作用, 现代临床新用治疗肝硬化、乙型肝炎、抗凝血。对原发性肝癌^[2]及子宫肌瘤的治疗均有较好效果^[3]。本品主含黄酮类化合物, 其中花旗松素系首次从水红花子中分离得到^[4]。有资料报道花旗松素具有抗辐射、抗病毒和抗肿瘤作用^[5], 是水红花子的有效成分和衡量药材质量的重要指标^[6], 本实验采用 HPLC 法对 10 个不同采收期水红花子中的花旗松素进行定量分析, 为确定最佳采收期提供依据。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, DAD 检测器, Agilent 色谱工作站。ALC-110.4 电子天平, AS-3120A 超声波清洗器。甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂为分析纯。花旗松素对照品 (美国迪马公司), 水红花子药材采于大连南关岭 (2007 年 8 月 3 日~11 月 4 日, 共 10 份样品), 由本校中药鉴定教研室翟延君教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱为 Agilent Zorbax-C₁₈ (200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-0.1% 磷酸水 (40:60); 体积流量: 1.0 mL/min; 检测波长 290 nm; 柱温 25℃; 进样量 10 μL。色谱图见图 1。

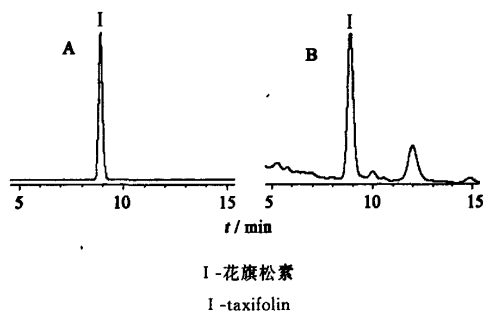


图 1 对照品(A)和样品(B) HPLC 色谱图

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

2.2 对照品溶液的制备:精密称取花旗松素对照品适量, 制成 0.247 mg/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取不同采收期水红花子药材粉末 (60 目) 约 1 g, 精密称定, 加石油醚 (60~90℃) 100 mL, 索氏提取 4 h, 挥干溶剂, 粉末加甲醇-25% 盐酸 (4:1) 50 mL, 回流提取 3 h, 滤过, 用甲醇定容至刻度, 再用 0.45 μm 滤膜滤过, 即得。

2.4 线性关系考察:精密吸取对照品溶液 1、2、4、6、8、10 μL, 按上述色谱条件测定峰面积。以花旗松素峰面积积分值 (Y) 为纵坐标, 花旗松素进样量 (X) 为横坐标计算, 得回归方程: $Y = 816.97X - 132.46$ ($r=0.9998$), 线性范围为 0.247~2.47 μg。

2.5 精密性试验:精密吸取花旗松素对照品溶液 5 μL, 按上述色谱条件重复进样 5 次, 测定峰面积, 计算 RSD 为 0.98%, 结果表明精密性良好。

2.6 重现性试验:取同一采收期样品约 1 g, 精密

收稿日期: 2008-04-25

基金项目: 辽宁省教育厅课题 (编号: 2004D263)

作者简介: 郑宗建 (1983—), 男, 大连人, 硕士, 主要从事中药鉴定及质量评价研究。

Tel: 13998545186 E-mail: zhengzongjian.cn@163.com

* 通讯作者 翟延君 Tel: (0411) 87586003 E-mail: lnzyzyj@sohu.com

称定,共 5 份,制备供试品溶液,精密吸取 5 μ L,测定峰面积,花旗松素质量分数为 6.385 5 mg/g, RSD 为 1.12%,表明本方法重现性良好。

2.7 稳定性试验:取供试品溶液,精密吸取 5 μ L,分别于 0、2、4、6、8 h 测定,比较峰面积, RSD 为 1.03%,供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.8 加样回收率试验:取已测定花旗松素的水红花子样品 1 g,精密称定,共 5 份,分别精密加入花旗松素对照品溶液 5 mL (0.247 mg/mL),制备供试品溶液,精密吸取 10 μ L,注入液相色谱仪,测定峰面积。结果平均加样回收率为 99.2%,RSD 为 1.83%。

2.9 样品测定:分别精密吸取对照品溶液 (0.247 mg/mL) 与供试品溶液 10 μ L,按上述色谱条件测定,采用外标一点法计算质量分数,结果见表 1。

表 1 不同采收期水红花子中花旗松素 ($n=3$)

Table 1 Taxifolin in *Fructus Polygoni Orientalis* collected in various periods ($n=3$)

编号	采集时间	花旗松素/(mg·g ⁻¹)	RSD/%
1	2007-08-03	1.288 1	1.32
2	2007-08-13	2.120 4	0.95
3	2007-08-23	4.495 7	2.04
4	2007-09-02	5.632 5	1.17
5	2007-09-16	6.289 2	1.26
6	2007-09-28	7.542 8	1.08
7	2007-10-07	8.737 6	1.64
8	2007-10-14	11.673 2	1.41
9	2007-10-21	8.341 5	0.92
10	2007-11-04	6.941 3	1.62

3 小结与讨论

3.1 测定结果表明花旗松素的量从 8 月初开始逐渐增高,至 10 月中旬达到最高点,然后又呈下降趋

势,总体分析 10 月份花旗松素的量高于其他月份,10 月中旬应为水红花子的最佳采收期,花旗松素的量为 11.673 2 mg/g。有文献报道^[6],不同商品药材水红花子的花旗松素的量在 0.449 2~9.131 3 mg/g。11 月份果实已基本脱落,因此本实验 11 月样品仅采集 1 份。

3.2 样品是否脱脂处理对花旗松素的测定影响很大,因此药材用石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) 脱脂处理。

3.3 提取条件的选择:以回流时间 (1、2、3 h)、回流温度 (60、80、100 $^{\circ}$ C)、酸度[甲醇-25% 盐酸 (2:1)、甲醇-25% 盐酸 (4:1)、甲醇-25% 盐酸 (6:1)] 为考察条件进行筛选,结果在甲醇-25% 盐酸 (4:1),回流温度为 100 $^{\circ}$ C,回流 3 h 效果最好。

3.4 检测波长的选择:取花旗松素对照品适量,加甲醇溶解,在 200~400 nm 进行波长扫描,花旗松素在 290 nm 处有最大吸收,故检测波长为 290 nm。该测定方法简便准确,重现性好,可以很好地控制水红花子的药材质量。

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2005.
- [2] 郑占虎,董泽宏,余靖. 中药现代研究与应用 [M]. 北京:学苑出版社,1999.
- [3] 包明惠. 沈仲理治疗子宫肌瘤选药经验录 [J]. 中医文献杂志,1997,52(4): 32.
- [4] 张继振. 红蓼果实黄酮化合物的研究 [J]. 中草药,1990,21(8): 7.
- [5] 乔华,谢莹,张晓云. 花旗松素的生物活性及其应用 [J]. 中草药,2003,34(8): 附 15-附 17.
- [6] 张元桐,翟延君,康廷国,等. HPLC 测定不同地区水红花子中花旗松素含量 [J]. 中国中药杂志,2007,32(20): 2190-2191.

HPLC-ELSD 法测定千斤拔的不同种和不同药用部位中 β -谷甾醇

刘 圆*,任朝琴

(西南民族大学少数民族药物研究所,四川 成都 610041)

摘 要:目的 测定千斤拔的不同种、不同药用部位中 β -谷甾醇的量,以期评价不同种的药材质量,为寻找新药源和新的药用部位提供实验数据。方法 采用 HPLC-ELSD 法。色谱柱为 Kromasil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μ m),以甲醇为流动相,体积流量 1.0 mL/min;柱温 25 $^{\circ}$ C;蒸发光散射检测器检测参数为漂移管温度 35 $^{\circ}$ C,载气 (N₂) 体积流量 2 mL/min。结果 该方法简便、快速、准确, β -谷甾醇在 0.65~3.25 μ g 呈良好的线性关系,平均回收率为 99.4% ($n=9$),RSD 为 0.87%。球穗千斤拔与《中国药典》收载种蔓性千斤拔、大叶千斤拔比较,其根、茎和叶中 β -谷甾醇的量低很多,蔓性千斤拔茎、叶中 β -谷甾醇的量远高于其根的量,大叶千斤拔茎、叶中 β -谷甾醇的量也相近或略高于其根中的量。结论 球穗千斤拔不宜替代蔓性千斤拔、大叶千斤拔入药;蔓性千斤拔和大叶千斤拔的茎、

收稿日期:2008-04-29

基金项目:国家科技支撑计划重点项目 (2007BA125B05);四川省青年基金项目 (07ZQ026-011);国家中医药管理局 (06-07ZP43)

* 通讯作者 刘 圆 Tel: (028) 85528878 13808091609 E-mail: yuanliu163@yahoo.com.cn