

广西药用植物园1~3号样均采自植物园内的不同植株,但3者的量差异也较大。这可能与喜树的生长环境和树龄有关。

致谢:试验所用部分样品分别由中国科学院昆明植物研究所杨世雄研究员、四川省中药研究院舒光明研究员、中国科学院广西植物研究所梁小燕副研究员、广西药用植物园药用植物保育中心等采集提供。

参考文献:

[1] 广西壮族自治区卫生厅.广西中药材标准[M]. 南宁:广西科

学技术出版社,1992.

- [2] 吴寿金,赵泰,秦永琪.现代中草药成分化学[M]. 北京:中国医药科技出版社,2002.
- [3] 国家医药管理局中草药情报中心站.植物药有效成分手册[M]. 北京:人民卫生出版社,1986.
- [4] 周芳礼,黄瑞松,苏青,等.薄层扫描法测定不同产地喜树果中喜树碱的含量[M]. 华西药学杂志,2008,23(5):610-612.
- [5] 蒋明廉,黄瑞松,吴毅,等. TLCs法对广西产喜树果中喜树碱含量动态积累的研究[J]. 中药材,2008,31(5):684-686.
- [6] 张丽艳,杨玉琴.反相高效液相色谱法测定喜树果实中喜树碱的含量[J]. 中国中药杂志,1997,22(4):234-235.
- [7] 张玉红,祖元刚.不同产地和生长季节喜树叶中喜树碱含量测定[J]. 植物学通报,2003,20(5):572-575.

HPLC法测定鸭跖草中异荭草素

康明芹,赵士敏,杨卫萍,陆娟,金永日,李绪文

(吉林大学化学学院,吉林 长春 130012)

摘要:目的 建立鸭跖草中异荭草素的定量测定方法,为鸭跖草质量标准的建立提供科学依据。方法 采用反相高效液相色谱法。色谱柱:ZORBAX EXTEND C₁₈柱(250 mm ×4.6 mm,5 μm),流动相:乙腈-0.1%磷酸(15:85),检测波长:350 nm。结果 线性良好,异荭草素平均加样回收率为99.98%,RSD为1.62%。结论 本方法准确、简便,精密度和分离度良好,可用于测定鸭跖草药材中异荭草素的量。

关键词:鸭跖草;异荭草素;高效液相色谱

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2009)01-0140-02

鸭跖草是鸭跖草科(Commelinaceae)植物鸭跖草 *Commelina communis* L. 的干燥地上部分,具有清热解毒、利水消肿之功效,用于风热感冒、高热不退、咽喉肿痛、水肿尿少、热淋涩痛、痈肿疔毒等症^[1],华东、华北、西南均有分布。2005年版《中国药典》载了该品种,但尚无定量测定的指标。文献报道鸭跖草中主要含有鸭跖黄酮苷、木栓酮、黑麦芽内酯、β-谷甾醇、1-carbomethoxy-carboline、花色苷、正十三烷醇、对羟基桂皮酸、胡萝卜苷、D-甘露醇及异荭草素,其中异荭草素的量较高^[2]。本实验利用HPLC法测定了鸭跖草中异荭草素的量,其研究结果可为鸭跖草质量标准建立提供定量测定指标。

1 仪器与试剂

仪器:Agilent 1200 series 高效液相色谱仪;G1310A 四元泵, G1322A 在线脱气机, G1316A 柱温箱, G1314B 紫外可见检测器, 配备 Agilent 1200 色谱工作站。

试剂:乙腈(色谱纯,山东禹王集团),水为重蒸馏水,磷酸(色谱纯,山东禹王集团),异荭草素对照品为自制,并经 UV、IR、¹H-NMR、¹³C-NMR、MS 等光谱鉴定确认其结构,按本方法色谱条件,归一化测得其质量分数大于99.9%。实验所用药材采自吉林省长春市郊区,系野生鸭跖草,经长春中医药大学邓明鲁教授鉴定为鸭跖草 *Commelina communis* L.。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱为 ZORBAX EXTEND C₁₈ 柱(250 mm ×4.6 mm,5 μm),流动相:乙腈-0.1%磷酸(15:85),体积流量:1.0 mL/min;柱温:25℃;检测波长:350 nm;进样量:5 μL。在该条件下,异荭草素与其他组分色谱峰的分离度大于1.5,色谱图见图1。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取干燥的对照品异荭草素20.0 mg,置于50 mL 量瓶中,加适量甲醇溶解并定容至刻度,摇匀。精密移取上述标准溶液

收稿日期:2008-06-19

基金项目:吉林省科技厅项目(20060903)

作者简介:康明芹(1982—),女,山东滨州市人,硕士研究生,研究方向为天然产物化学成分及质量控制。

Tel:13504338478 E-mail:mqkang@yahoo.cn

*通讯作者 李绪文 Tel:(0431)85628012 E-mail:xwli@jlu.edu.cn

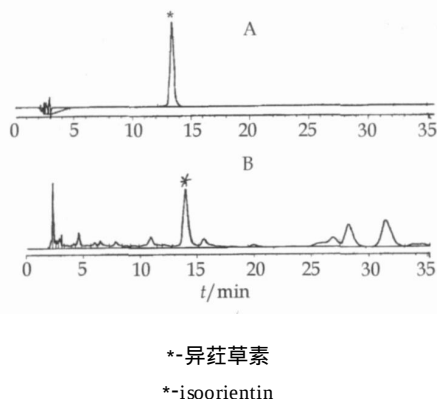


图1 异荭草素对照品(A)和鸭跖草样品(B)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of isoorientin reference substance (A) and *C. communis* sample (B)

5 mL于25 mL量瓶中,再用甲醇稀释至刻度。

2.3 供试品溶液的制备:精密称取干燥的鸭跖草粉末2.0 g置于250 mL圆底烧瓶中,每次加入70%的乙醇水溶液40 mL,分别加热回流3次,回流时间分别为2、1.5、1 h。合并3次提取液,滤过,减压回收溶剂至干,加入甲醇溶解,定容到25 mL量瓶中,经0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,备用。

2.4 标准曲线绘制:精密称取异荭草素对照品20.0 mg,置于50 mL量瓶中,加甲醇溶解制成0.40 mg/mL的对照品储备液。分别精密移取对照品储备液1.0、2.5、5.0、7.5、12.5 mL于25 mL量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取上述6个对照品溶液5.0 μL,进样,以峰面积为纵坐标(Y),对照品进样量为横坐标(X)绘制标准曲线,回归方程为 $Y = 2271.7026X - 2$ ($n = 6$), $r = 0.9998$ 。结果表明,在0.08~1.00 μg异荭草素进样量(X)与峰面积(Y)呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:吸取同一质量浓度对照品溶液,在上述色谱条件下连续进样6次,测得对照品峰面积的RSD为0.42% ($n = 6$)。

2.6 稳定性试验:取同一份供试品溶液,分别对其在0、2、4、6、8、10、12 h进行分析,异荭草素峰面积的RSD为0.38% ($n = 6$),表明供试品溶液在12 h内稳定性良好。

2.7 重现性试验:精密称取干燥的同一批鸭跖草粉

末6份,依据供试品溶液的制备方法制备样品液,分别进样5.0 μL,测得异荭草素峰面积,计算其质量分数RSD为1.40% ($n = 6$)。

2.8 加样回收率试验:精密称取干燥的鸭跖草粉末6份,每份1.000 0 g,分别加入7 mg/mL的异荭草素对照品溶液1 mL,即加入异荭草素0.7 mg,按供试品溶液制备的方法制备样品液,分别进样5.0 μL,测得异荭草素的峰面积,计算其平均回收率为99.98%,RSD为1.62% ($n = 6$)。

2.9 样品的测定:分别将对照品溶液和6批供试品溶液各5.0 μL注入高效液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算样品中异荭草素的量。测得结果见表1,6批样品中异荭草素的平均质量分数为0.703 9 mg/g。

表1 鸭跖草中异荭草素的测定结果($n = 3$)

Table 1 Determination of isoorientin in *C. communis* ($n = 3$)

样品批次	异荭草素/(mg·g ⁻¹)	样品批次	异荭草素/(mg·g ⁻¹)
1	0.696 8	4	0.696 8
2	0.719 3	5	0.705 5
3	0.694 0	6	0.711 0

3 讨论

3.1 提取方法的选择:在供试品的制备过程中,先后分别比较了20倍甲醇、70%甲醇、50%甲醇、乙醇、70%乙醇、50%乙醇加热回流提取的效果,结果70%乙醇回流提取率最高。本实验还考察了提取次数和提取时间,结果表明,提取4次,每次提取时间分别为2、1.5、1、1 h,第4次提取物中已经检测不到异荭草素,说明提取3次已经提取完全。

3.2 流动相的选择:异荭草素系碳苷类黄酮,色谱峰易拖尾,所以在流动相中加入1%的磷酸。本实验考察了甲醇-水、甲醇-醋酸水、乙腈-醋酸水系统,结果以乙腈-0.1%磷酸(15:85)分离效果最好。

3.3 本测定方法可以准确、便捷地测定鸭跖草中异荭草素的量,化合物异荭草素能达到基线分离,重现性及回收率好,结果可靠。本实验方法及其结果可为鸭跖草质量标准的建立提供科学依据。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 中药大辞典[M]. 上海:上海科学技术出版社,1986.