

腊梅花中槲皮素的含量测定

★ 吴斌 (江西省上饶市立医院 上饶 334000)

关键词:腊梅花;槲皮素;高效液相色谱

腊梅花 *Chimonanthus praecox* (L.) Link. 为蜡梅科蜡梅属植物,具有解暑清热、理气开郁的功能,用于暑热烦渴、头晕、胸闷脘痞、梅核气、咽喉肿痛、百日咳、小儿麻疹、烫火伤^[1]。为了更好的控制腊梅花药材质量,本实验采用 HPLC 法对云南产地的腊梅花中槲皮素的含量进行了测定。

1 仪器与药品

KQ-250 型超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司);BS124S(电子天平);北京赛多利斯仪器系统有限公司;Agilent1100 液相色谱仪(安捷伦公司);甲醇(色谱纯),水为超纯水,槲皮素对照品(批号:100081-200406,中国药品生物制品检定所提供);腊梅花原药材购于樟树中药材市场,产地为云南。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性实验 色谱条件:Hyper-sil ODS C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-水(65:35);流速 1.0 ml·min⁻¹,检测波长:λ = 254 nm;柱温为 25 ℃;进样量为 10 μl。

2.2 供试品溶液的制备 取腊梅花粗粉约 2 g,精密称定,滤纸包裹,精确加入甲醇溶液 20.0 ml,称量、记录重量,超声 40 分钟,取出,放置室温,再称重,甲醇补足减失的重量、过滤。用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。

2.3 槲皮素对照品溶液的配制 取槲皮素对照品 5.0 mg,精密称定,用甲醇溶解至 25 ml 容量瓶中,用甲醇定容至 25 ml,配制得对照品溶液。

2.4 标准曲线绘制 取上述槲皮素对照品溶液 1、2、4、6、8、10 μl,分别注入色谱仪,测定其峰面积。以槲皮素对照品峰面积积分值为纵坐标(Y),进样量 X(μg)为横坐标,进行线性回归,槲皮素的回归方程为:Y = 255.97X + 10.886 (R² = 0.998 5);其结果分别表明槲皮素在 0.2 ~ 2 μg 范围内进样浓度与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度实验 取腊梅花药材,按"2.2"项下同法操作制备一份供试品溶液,取该溶液,重复进样 6 次,每次进样 10 μl,测定槲皮素峰面积积分值,得腊梅花 RSD = 1.06% (n = 6),结果表明本仪器精密度

良好。

2.6 重现性实验 取样品 6 份,分别按供试品溶液制备项下方法操作,制备供试品溶液 6 份,依次进样,每次进样 10 μl,测定槲皮素峰面积积分值,得槲皮素 RSD = 1.12% (n = 6),结果表明本方法重现性好。

2.7 稳定性实验 取重现性项下一份样品,分别于 0、2、4、8、12、16 小时后进样,每次进样 10 μl,测定槲皮素峰面积积分值,得槲皮素 RSD = 0.84% (n = 6),表明供试品溶液在 16 小时内稳定。

2.8 加样回收率实验 取已知含量的腊梅花粗粉约 1.0 g(0.038%),精密称定,分别加入对照品溶液(浓度为 0.2 mg/ml)0.304、0.380、0.456 mg 的槲皮素对照品,按供试品溶液制备方法处理,进行测定,平均回收率为 98.11%,RSD = 2.08%。

2.9 样品含量的测定 云南产的腊梅花药材,按供试品溶液制备项下制备供试品溶液,进行槲皮素的含量测定,记录色谱峰面积,以外标法计算,结果见表 1。

表 1 云南产地的腊梅花中槲皮素的含量

产地	批号	槲皮素含量(%)	RSD%
云南	200604	0.030	1.96
	200606	0.038	2.30
	200608	0.041	2.08

3 讨论

3.1 提取方法的选择 通过对 95%、50% 乙醇,95% 甲醇,乙醚,石油醚等溶剂,以及超声、冷浸等方法的筛选,发现利用甲醇超声的方法提取,效果最好。

3.2 超声时间的选择 测定不同超声时间(10、20、30、40、50、60 分钟)槲皮素的含量,测定结果表明,腊梅花提取 40 分钟时,其腊梅花素提取基本恒定,故选择超声时间为 40 分钟。

参考文献

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.《中华本草》第三卷 [M]. 上海:上海科学技术出版社,2000:19.