

野生绵茵陈和花茵陈中绿原酸含量的比较

胡彦武, 关颖丽, 姚慧敏, 连丹

(通化师范学院制药与食品科学系, 吉林 通化 134002)

[摘要] 目的: 采用超声提取法提取绵茵陈和花茵陈中绿原酸并用 HPLC 测定其含量。方法: Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 色谱柱, 乙腈-0.4% 磷酸溶液 (15:85) 为流动相, 柱温 25 °C, 流速 0.8 mL·min⁻¹, 检测波长 327 nm。结果: 绿原酸在 0.103 ~ 5.130 μg 呈良好的线性关系 ($r=0.9998$), 平均回收率 98.22%, RSD 1.72%。测得绵茵陈、花茵陈中绿原酸质量分数分别为 0.81%、0.46%。结论: 野生绵茵陈和花茵陈均含有绿原酸, 以绵茵陈中绿原酸含量较高。

[关键词] 茵陈; 绿原酸; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)09-0078-03

Comparison on Chlorogenic Acid Content of *Artemisia capillaries* from Different Harvest Time

HU Yan-wu, GUAN Ying-li, YAO Hui-min, LIAN Dan

(Department of Pharmaceutics and Food Science, Tonghua Teachers College, Tonghua 134002, China)

[Abstract] **Objective:** To extract and determine chlorogenic acid from *Artemisia capillaries* in different harvest times with ultrasonic extraction and HPLC. **Method:** The separation was accomplished an Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) with a mixture of acetonitrile-0.4% H₃PO₄ (15:85) as the mobile phase, the column temperature was at 25 °C; the flow rate was 0.8 mL·min⁻¹; the detection wave length was at 327 nm. **Result:** The linear range of rutin was 0.103-5.130 μg ($r=0.9998$). The average recovery was 98.22% with RSD of 1.72%. The content of chlorogenic acid of *A. capillaries* from two harvest times was 0.81% and 0.46%. **Conclusion:** *A. capillaries* in different harvest times all contain chlorogenic acid and the content was higher in *A. capillaries* seedlings.

[Key words] *Artemisia capillaries*; chlorogenic acid; HPLC

茵陈为菊科多年生草本植物滨蒿 *Artemisia scoparia* Waldst. et kit. 或茵陈蒿 *A. capillaries* Thunb. 的干燥地上部分。春季幼苗高 6 ~ 10 cm 时采收的习称“绵茵陈”, 秋季花蕾长成至花初开时采割的称“花茵陈”^[1]。茵陈原名茵陈蒿, 始载于《神农本草经》, 列为上品, 具清利湿热、利胆退黄之功效, 用于湿热黄疸、小便不利、风痒疮疥等症^[2]。绿原酸是茵

陈中重要的生物活性成分之一, 被 2010 年版《中国药典》一部列为绵茵陈的质量控制指标成分, 但因茵陈在我国分布广泛, 不同产地的茵陈药材中绿原酸含量差别很大, 而目前尚无有关长白山区野生茵陈药材中绿原酸含量测定的资料报道, 为此, 本试验以长白山区野生绵茵陈和花茵陈为试验材料, 采用超声提取法对其所含绿原酸进行提取, 高效液相色谱法进行含量测定, 以期了解不同采收期的野生茵陈药材中绿原酸的含量差异, 为评价不同采收期茵陈的药用价值及资源合理开发利用提供参考依据。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪, 包括四元梯度泵, 柱温箱, 二级管阵列检测器, Chemstation 色谱工

[收稿日期] 20101225(001)

[基金项目] 通化师范学院自然科学科研基金项目(201076)

[第一作者] 胡彦武, 硕士, 讲师, 从事生药有效成分的分离鉴定及生物活性研究, Tel: 13844545298, E-mail: hywez@163.com

作站;KQ-200KDB 超声波清洗器,昆山市超声波仪器有限公司;Sartorius-CP225D 电子分析天平,北京赛多利斯仪器有限公司;绿原酸对照品(批号110753-200413)购自中国药品生物制品检定所;乙腈、甲醇为色谱纯,水为纯化水;其他试剂均为分析纯;绵茵陈、花茵陈药材分别于2010年5月和8月采自通化师范学院校园周边(长白山余脉),经通化师范学院于俊林教授鉴定为菊科植物茵陈蒿 *A. capillaries* 的干燥地上部分。

2 方法与结果

2.1 样品的制备

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品 5.13 mg,至 10 mL 棕色量瓶中,用 50% 甲醇溶解并定容至刻度,摇匀,即得质量浓度为 $0.513 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取绵茵陈、花茵陈粉末(过 2 号筛)各约 1 g,精密称定,至具塞锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 50 mL,浸泡 30 min,称定质量,超声处理 30 min,放冷,再称定质量,用 50% 甲醇补足减轻的质量,摇匀,离心,精密量取上清液 5 mL,置 25 mL 棕色量瓶中,加 50% 甲醇至刻度,摇匀,0.45 μm 微孔滤膜滤过,弃初滤液,取续滤液,即得。

2.2 色谱条件 采用 Agilent ZORBAX Eclipse XDB C₁₈ (4.6 mm \times 150 mm, 5 μm) 色谱柱,流动相为乙腈-0.4% 磷酸溶液 (15:85),检测波长为 327 nm,流速 $0.8 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$,柱温 25 $^{\circ}\text{C}$,理论板数以绿原酸峰计算应不低于 5 000。

2.3 方法学考察

2.3.1 标准曲线的绘制^[1,3] 精密吸取 2.1.1 项下对照品溶液 0.1, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 mL,分别置 5 mL 量瓶中,甲醇定容,摇匀,吸取以上各标准品溶液各 10 μL 进样,在 2.2 项色谱条件下进样并测定峰面积,以对照品进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线并进行回归计算,得回归方程为 $Y =$

$1372.5632X + 5.0545$, $r = 0.9998$,结果表明绿原酸在 $0.103 \sim 5.130 \mu\text{g}$ 线性关系良好。

2.3.2 稳定性试验 取绵茵陈粉末约 1 g,精密称定,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 24 h 进样,记录绿原酸的峰面积。结果 RSD 1.37%,表明样品溶液在 24 h 内基本稳定。

2.3.3 精密度试验 取绿原酸对照品溶液,在 2.2 项色谱条件下进样,重复进样 5 次,记录绿原酸的峰面积,结果 RSD 1.30%,表明仪器较精密度良好。

2.3.4 重复性试验 取绵茵陈粉末约 1 g,精密称取 6 份,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,在 2.2 项色谱条件下进样,记录绿原酸的峰面积,计算含量,结果 RSD 1.14%,表明方法的重复性良好。

2.3.5 加样回收率试验 取已知含量(含量为 0.81%)的绵茵陈粉末 6 份各约 0.2 g,精密称定,分别加绿原酸对照品各约 1.6 mg,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,在 2.2 项色谱条件下测定峰面积,计算回收率,结果见表 1。平均回收率为 98.22%,RSD 1.72%,表明测定方法准确度较高。

表 1 绿原酸加样回收率试验 ($n=6$)

称样量 /g	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.2008	1.63	1.60	3.19	97.50	98.22	1.72
0.2004	1.62	1.60	3.18	97.50		
0.2012	1.63	1.60	3.20	98.13		
0.2009	1.63	1.60	3.17	98.69		
0.2004	1.62	1.60	3.16	96.25		
0.2006	1.62	1.60	3.24	101.25		

2.4 样品含量测定 分别精密称取绵茵陈、花茵陈粉末各约 1 g,同一样品平行操作 3 份,按 2.1.2 项下方法制备样品溶液,在 2.2 项色谱条件进行检测,绵茵陈和花茵陈中绿原酸的含量结果见表 2 及图 1。

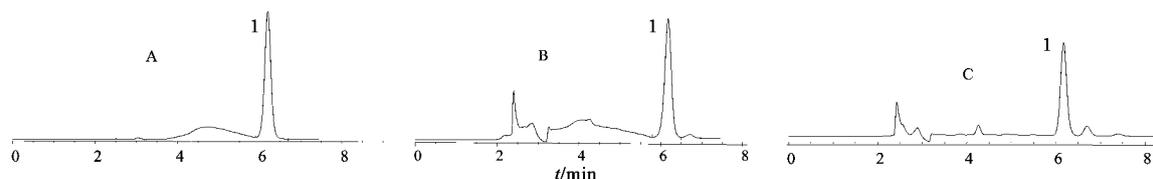


图 1 绿原酸、绵茵陈、花茵陈色谱图

A. 对照品; B. 绵茵陈; C. 花茵陈; 1. 绿原酸

微波消解 ICP-MS 法测定唐古特青兰中无机元素

利毛才让^{1,2,3}, 热增才旦⁴, 李春婷^{1,3}, 索有瑞^{1*}

(1. 中国科学院西北高原生物研究所, 西宁 810008;

2. 青海师范大学民师院化学系, 西宁 810008;

3. 中国科学院研究生院, 北京 100049;

4. 青海大学医学院中藏药研究中心, 西宁 810001)

[摘要] 目的: 建立唐古特青兰中微量元素含量的测定方法。方法: 样品经微波消解后, 以铯、铷为内标, 用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定样品中 Ni, Cr, V, Mn, Cu, Zn, Co, Se, Fe, As, Pb, Al, Ba, Mg, K 和 Ca 共 16 种元素的含量。结果: 该方法对各元素的检出限为 0.002 ~ 0.951 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, 加标回收率在 91.82% ~ 104.72% 之间, 国家标准物质茶标(GBW07404)和杨树叶(GBW07405)的测定值与标准值基本吻合。结论: 所建立的方法快速、准确、灵敏度高, 为深入研究唐古特青兰中无机元素与藏药药效、药性味相关性奠定了基础, 也为治赤巴病藏药中微量元素的研究提供了一种可行的参考方法。

[关键词] 微波消解; 电感耦合等离子体质谱; 唐古特青兰; 无机元素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)09-0080-04

Determination of Inorganic Elements in *Dracocephalum tanguticum Maxim* by Sealed Microwave Digestion ICP-MS

LI MAO Cai-rang^{1,2,3}, RE ZENG Cai-dan⁴, LI Chun-ting^{1,3}, SUO You-rui^{1*}

(1. Northwest Plateau Institute of Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China;

2. Chemistry Department of Nationality, Qinghai Normal University, Xining 810008, China;

3. Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

4. Research Center of Chinese and Tibetan Medicine, Qinghai University Medical College, Xining 810001, China)

[收稿日期] 20110101(005)

[第一作者] 利毛才让, 副教授, E-mail: qh_lmccr@sohu.com

[通讯作者] * 索有瑞, 博士生导师, 研究员, 主要从事天然产物研究, E-mail: yrsuo@nwipb.ac.cn

表 2 野生绵茵陈和花茵陈中绿原酸质量分数 /%

样品名称	绿原酸	RSD
绵茵陈	0.81	1.27
花茵陈	0.46	1.35

花茵陈均含有绿原酸, 以绵茵陈中绿原酸含量较高(0.81%), 高于《中国药典》2010 年版规定的“不得少于 0.50%”^[1], 如以绿原酸作为质量评价依据, 野生茵陈的最佳采收期应为幼苗期, 即绵茵陈。

3 讨论

本试验采用超声提取法首次对长白山区野生绵茵陈和花茵陈中绿原酸进行提取, 参照《中国药典》2010 年版中绿原酸的定量检测方法, 通过 HPLC 测定野生绵茵陈和花茵陈中绿原酸含量, 该方法具有简单、易于操作、结果可靠。

通过本试验研究得知, 长白山区野生绵茵陈和

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:223.
- [2] 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1986:1866, 1590.
- [3] 赵丽娜, 石延榜, 张振凌, 等. 中药斑蝥不同炮制品总斑蝥素含量的比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(15):39.

[责任编辑 蔡仲德]