

· 研究报告 ·

不同采收期的罗布麻叶和其商品中槲皮素的含量测定

章一茜, 卞艳芳 (第二军医大学附属长海医院药学部, 上海 200433)

[摘要] 目的 建立 HPLC 法测定不同采收期的罗布麻叶和其商品药材中槲皮素的含量。方法 采用 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇-0.1% 磷酸, 梯度洗脱, 检测波长: 360 nm, 柱温: 30 °C。结论 罗布麻由开花转向结果和叶由绿变黄时, 槲皮素的含量相对较高, 是采集叶较理想的时间。国内部分省市销售的大多数罗布麻叶药材中的槲皮素含量符合药典规定, 也尚有少数样品未达到药典标准, 建议有关部门还需加强对罗布麻叶的质量监督检查。

[关键词] 罗布麻叶; 槲皮素; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284

[文献标志码] A

[文章编号] 1006-0111(2017)01-0067-03

[DOI] 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.01.016

Concentration measurement of the quercetin in *Folium Apocyni Veneti* from various commercial markets and harvest time

ZHANG Yihan, BIAN Yanfang (Department of Pharmacy, Changhai Hospital Afilliated to Second Military University, Shanghai 200433, China)

[Abstract] **Objective** To determine the quercetin content in *Folium Apocyni Veneti* from different commercial markets and harvest time by HPLC. **Methods** The determination was performed on an Agilent Eclipse XDB-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm) at 30 °C with a mobile phase composed of Methanol : 0.1% phosphoric acid run at gradient elution; the detection wavelength was 360 nm. **Results** It is a better timing to harvest when the flower is turning fruit and the leaf color is turning from green to yellow. Our results have demonstrated that at that time, the content of quercetin in *Folium Apocyni Veneti* was relatively higher. In addition, this report also shows that the concentration of quercetin in most medicinal materials from domestic market complies with the requirement of the Pharmacopoeia, but there were still a small percent of samples that didn't meet the Pharmacopoeia standards. **Conclusion** We suggested that the quality supervision and inspection on *Folium Apocyni Veneti* needs to be strengthened.

[Key words] *Folium Apocyni Veneti*; quercetin; HPLC

罗布麻叶是夹竹桃科植物罗布麻 *Apocynum venetum* L. 的干燥叶。主要分布于辽宁、吉林、内蒙古、甘肃、新疆、陕西、山西、山东、河南、河北、江苏及安徽北部等地。具有平肝安神、清热利水的功效。用于肝阳眩晕、心悸失眠、浮肿尿少。临床上用于治疗高血压、神经衰弱、肾炎浮肿^[1]。罗布麻叶被历版《中国药典》收载。槲皮素是罗布麻叶的主要活性成分, 具有抗氧化、抗肿瘤、抗炎、改善血脂障碍、降血压, 达到保护心脏的作用^[2]。2005年版《中国药典》将槲皮素定为罗布麻叶质量控制的一个指标^[3]。罗布麻植物的叶片在植物体上保留的时间较长, 为了解何时采收的罗布麻叶的质量最好, 我们对不同生长期罗布麻叶中槲皮素的含量高低进行了研究, 为

选择适宜的药材采收时间提供科学依据。同时对市场上部分罗布麻叶商品药材中槲皮素的含量进行了测定, 以考察市场上罗布麻叶的质量情况。

1 仪器与材料

1.1 仪器 Agilent 1100 液相色谱仪 (美国 Agilent 公司), 包括 Agilent 1200 G1311A 四元泵, G1329A 自动进样器, G1316A 柱温箱, G1314B 检测器, 使用 Chemstation 软件控制系统及数据处理。BP211D 型电子天平 (德国 Sartorius 公司), B2500S-DTH 型超声波清洗器 (必能信超声上海有限公司)。

1.2 材料 槲皮素对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 10081-200406); 磷酸和甲醇为分析纯 (北京化工厂), 水为重蒸馏水。本含量测定的方法学研究选用河北石家庄地区的罗布麻叶, 不同采收期的

[作者简介] 章一茜, 本科, 药师。研究方向: 中药鉴别和品质研究。E-mail: yhz_egcg@126.com

罗布麻叶采自第二军医大学药学院药用植物园,原植物经第二军医大学张汉明教授鉴定为夹竹桃科植物罗布麻 *Apocynum venetum* L.,其他罗布麻叶商品药材为市售。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液 精密称取槲皮素对照品适量,置10 ml量瓶中,加80%甲醇定容至刻度,制成浓度为34.8 μg/ml的对照品溶液。

2.1.2 样品溶液 取罗布麻叶样品,粉碎,过60目筛,精密称取粉末0.50 g,置具塞锥形瓶中,精密加

入80%甲醇50 ml,密塞,称定重量,加热回流1 h,放冷,再称定重量,用80%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液10 ml,加入盐酸1 ml,置90℃水浴中加热回流1 h,取出,立即冷却,转移至25 ml量瓶中,加80%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2 色谱条件 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm),柱温:30℃,流速:1.0 ml/min,流动相:甲醇-0.1%磷酸,梯度洗脱。检测波长:360 nm。在此色谱条件下,槲皮素峰与样品中其他组分峰达到基线分离,峰形对称,阴性无干扰。槲皮素峰理论塔板数不低于4 000(见图1)。

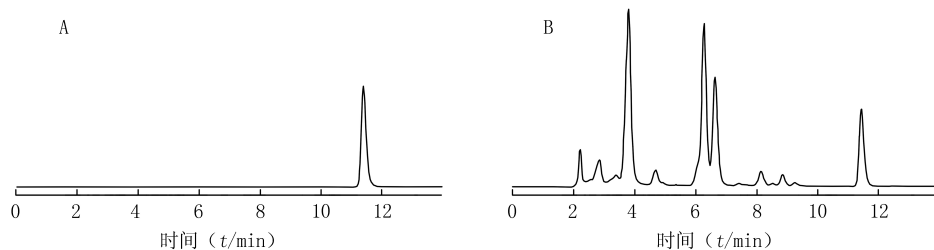


图1 槲皮素对照品(A)及罗布麻叶样品(B)的HPLC图

2.3 线性关系考察 精密量取“2.1.1”项下槲皮素对照品溶液2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 μl,按照“2.2”项下色谱条件测定。以浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,得回归方程: $Y = 160.88516X - 150.35816$ ($r = 0.9991$),结果表明,槲皮素对照品在6.96~34.8 μl/ml范围内呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验 取河北石家庄的罗布麻叶样品溶液,按照“2.2”项下色谱条件测定,重复进样5次,测得槲皮素峰面积平均值为1 114.548 44,RSD为0.65% ($n = 5$),结果表明本法精密度良好。

2.5 重复性试验 取河北石家庄的罗布麻叶样品粉末约0.5 g,5份,精密称定,按照“2.1.2”项下方法制备样品溶液,按照“2.2”项下色谱条件测定槲皮素含量,以外标一点法计算含量为0.62%,RSD为1.6% ($n = 5$),表明重复性良好。

2.6 加样回收率试验 精密称取河北石家庄的罗布麻叶样品粉末0.25 g,5份,分别精密加入槲皮素对照品适量,按“2.1.2”项下方法制备样品溶液,按照“2.2”项下色谱条件测定槲皮素含量,计算回收率,见表1,平均加样回收率为99.76%,RSD为0.61%。

2.7 样品测定

2.7.1 不同采收期的罗布麻叶中槲皮素的含量 采集花期至果期(当年6—12月)的罗布麻叶,

表1 槲皮素加样回收率

样品量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1.55	1.365	2.887	99.03	99.76	0.61
1.55	1.349	2.901	100.07		
1.55	1.351	2.899	99.92		
1.55	1.342	2.907	100.52		
1.55	1.369	2.897	99.26		

经60℃烘干24 h,按“2.1.2”项下方法制备样品溶液,按照“2.2”项下色谱条件测定槲皮素含量,计算罗布麻叶中槲皮素的含量(%).结果表明,罗布麻在果期时,叶中槲皮素含量相对较高,是采集叶较理想的时间,具体见表2。

表2 不同采收时期的罗布麻叶中槲皮素百分含量

采收时间	生长状态	槲皮素含量 (%)
20110602	花前期	0.87
20110702	花前期	0.90
20110802	花期	0.94
20110902	花期	0.95
20111002	始果期	1.12
20111102	果期	1.10
20111202	果期	1.08

2.7.2 不同地区罗布麻叶中槲皮素的含量 取不

同地区购买的罗布麻叶,按“2.1.2”项下方法制备样品溶液,按照“2.2”项下色谱条件测定槲皮素含量,见表3,结果表明,吉林长春市和河北秦皇岛市的罗布麻叶中槲皮素含量最高,新疆乌鲁木齐的罗布麻叶中槲皮素含量最低。

表3 不同地区罗布麻叶中槲皮素含量

编号	来源	槲皮素百分含量(%)
1	吉林长春市	0.85
2	河北石家庄市	0.68
3	山东潍坊市	0.66
4	广东广州市	0.49
5	江苏无锡市	0.74
6	河北秦皇岛市	0.84
7	内蒙古呼和浩特市	0.55
8	江西南昌市	0.65
9	吉林松原市	0.70
10	四川成都市	0.75
11	安徽合肥市	0.69
12	上海市	0.70
13	新疆乌鲁木齐	0.45

3 讨论

3.1 罗布麻植物可采收叶的时期较长,为提高药材活性成分含量,确定最佳采收时间,本研究对不同生长期罗布麻叶中槲皮素的含量进行了测定,实验表明,罗布麻叶中槲皮素的含量随着植物的生长,经历一个由低到高,再由高转低的过程,这一变化过程和植物本身的新陈代谢变化过程相一致。罗布麻叶的最佳采收时间,选择在植株开始结果到叶开始变黄色期间采收最佳。

3.2 大花罗布麻 *Poacyzuan hendersonii* (Hook. F.)Woodson 是罗布麻的同科植物,主要分布于新

疆、青海和甘肃等省区,当地民间也做药用或茶饮治疗高血压。经对其槲皮素的含量测定,发现在5月和10月的含量较高,其余期间采集的含量稍低^[4],这一结果和我们测定的罗布麻植物有一定差异,可能和不同属种以及不同的气候条件有关。

3.3 经对国内部分省市销售店购买的罗布麻叶中槲皮素的含量测定结果表明,大多数商品的槲皮素含量符合药典规定的要求,也尚有少数样品达不到药典标准,建议有关部门还需加强对罗布麻叶的质量监督检查。

3.4 罗布麻叶是常用中药,具有平肝安神、清热利水的功效。本实验以其活性成分槲皮素为指标,比较不同生长期采集的罗布麻叶中槲皮素的含量,揭示了罗布麻叶药材的最佳采收时间,为获得优质罗布麻叶药材、罗布麻植物的合理使用和开发提供有益的参考。

3.5 试验采用2005年版《中国药典》一部罗布麻叶项下样品制备方法 & 色谱条件进行测定,方法简便、易操作,且峰形对称、分离度好,故本试验结果准确可信。

【参考文献】

- [1] 上海市食品药品监督管理局.上海市中药饮片炮制规范[S].上海:上海科技出版社,2008:245.
- [2] 张志琴,朱双雪.槲皮素的药理活性与临床应用研究进展[J].药学研究,2013,1(7):400-403.
- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典2005年版一部[S].北京:化学工业出版社,2005:146-147.
- [4] 孟庆艳,马玲,吴增志,等.不同采收期大花罗布麻叶中槲皮素的含量测定[J].塔里木大学学报,2010,22(3):22-24.

[收稿日期] 2015-08-29 [修回日期] 2015-12-26
[本文编辑] 顾文华

(上接第63页)

- [2] 吕竹芬,谢清春,申楼.高效液相色谱法测定盐酸赛庚啉片中盐酸赛庚啉的含量[J].海峡药学,2011,23(10):52-54.
- [3] 陈繁华,曾玉梅,庄晓娜.HPLC法测定盐酸赛庚啉片的含量及其有关物质[J].中国药师,2015,18(10):1827-1829.
- [4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典2015年版二部[S].北京:中国医药科技出版社,2015:1111-1112.
- [5] The European Pharmacopoeial Convention. European Pharma-

copeia[S]. 8th ed,2014:1977-1978.

- [6] The United States Pharmacopoeial Convention. U.S. Pharmacopoeia[S]. 39th ed, 2016:3351-3352.
- [7] 国家药典委员会.中华人民共和国药典2015年版四部[S].北京:中国医药科技出版社,2015:374-377.

[收稿日期] 2016-09-03 [修回日期] 2016-10-14
[本文编辑] 顾文华