

HPLC测定合欢花中槲皮苷的含量

俞建平¹, 马临科¹, 郑建宝² (1 浙江省药品检验所, 杭州 310004; 2 浙江中医药大学中药饮片厂, 杭州 310009)

摘要: 目的 测定合欢花中槲皮苷的含量。方法 采用高效液相色谱法, Agilent-C₁₈柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液 (25:75), 检测波长为 256 nm, 流速为 1.0 mL·min⁻¹。结果 槲皮苷进样量在 0.120 4 ~ 2.408 μg 内呈良好的线性关系, 平均回收率为 99.2%, RSD=1.3% (n=6)。结论 该方法快速简便, 稳定可靠, 专属性强。

关键词: 高效液相色谱法; 合欢花; 槲皮苷; 含量测定

中图分类号: R917.101; R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)06-0539-02

Determination of Quercitrin in *Albizia julibrissin* by HPLC

YU Jian-ping, MA Lin-ke, ZHENG Jian-bao (1 Zhejiang Institute For Drug Control, Hangzhou 310004, China; 2 TCM for Decoction Factory of Zhejiang Chinese Medical University, Hangzhou 310009, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To determine the content of quercitrin in *Albizia julibrissin* Durazz with HPLC. **METHODS** An Agilent-C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) was used. The mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid (25:75), and detective wavelength was set at 256 nm, and the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹. **RESULTS** A good linearity was observed for quercitrin in the range of 0.120 4–2.408 μg. The average recovery of quercitrin was 99.2% and RSD was 1.3% (n=6). **CONCLUSION** The method is convenient, stable, reliable and special for the determination of quercitrin in *Albizia julibrissin* Durazz. **KEY WORDS** HPLC; *Albizia julibrissin* Durazz; quercitrin; determination of content

合欢花为豆科植物合欢 *Albizia julibrissin* Durazz 的干燥花序。合欢花性味甘, 平。有解郁安神的作用。具文献报道^[1], 合欢花总黄酮含量较高, 其所含黄酮类成分主要为槲皮苷, 而关于合欢花中黄酮类成分的分析很少报道, 为此, 笔者建立合欢花中槲皮苷的高效液相色谱含量测定方法。

1 仪器与试剂

惠普 HP1100 系列液相色谱仪 (自动进样分析), UV-260 紫外分光光度计 (日本岛津)。槲皮苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号为 111538-200403, 含量测定用)。乙腈 (Merck, 色谱纯), 水 (重蒸水), 其他试剂均为分析纯。合欢花药材为笔者收集 7 批市场流通商品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Agilent C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液 (25:75); 检测波长为 256 nm; 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 柱温 25 °C; 样品进样量为 10 μL。理论板数

按槲皮苷峰计应不低于 3000。对照品、样品色谱图见图 1。

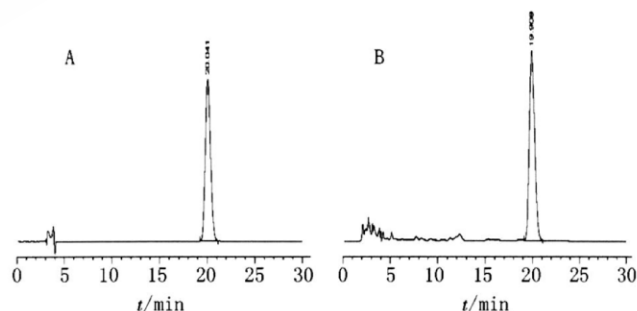


图 1 对照品和样品色谱图

A-对照品; B-样品

Fig 1 HPLC chromatograms of reference and sample

A- reference substance; B- sample

2.2 检测波长的选择

取每 1 mL 含槲皮苷 30.1 μg 的对照品溶液, 在 200~400 nm 处扫描, 槲皮苷在 256.1 nm 波长处有最大吸收, 故选

作者简介: 俞建平, 男, 副主任中药师 Tel: (0571) 86459414 E-mail: ppyj@126.com

择 256 nm为测定波长。

2.3 供试品溶液的制备

取本品粉末 0.5 g,精密称定,置具塞三角烧瓶中,精密加入乙醇 25 mL,称重,超声处理 30 min,放冷,称重,加乙醇补足重量,滤过,取滤液用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.4 线性关系考察

精密称取经五氧化二磷减压干燥 24 h的槲皮苷对照品适量,加乙醇制成每 1 mL含 0.120 4 mg的溶液作为对照品溶液。

精密吸取上述槲皮苷对照品液 1, 5, 10, 15, 20 μL,按上述色谱条件测定峰面积,以进样量(μg)对峰面积(A)进行线性回归,求得回归方程: $Y = 2.8003X + 1.9162$, $r = 1.0000$ 。槲皮苷在 0.120 4 ~ 2.408 μg内呈良好的线性关系。

2.5 重复进样精密度试验

取同一供试品溶液,重复进样 6次,测定槲皮苷的峰面积,结果 $RSD = 0.4\%$ ($n = 6$),表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验

取同一供试品溶液,间隔一定时间测定一次,结果 $RSD = 0.5\%$ ($n = 6$),表明供试品溶液在 26 h内基本稳定。

2.7 重复性试验

取同一合欢花药材样品 6份,按样品测定方法进行测定,结果槲皮苷平均含量为 0.743%, $RSD = 1.0\%$ ($n = 6$),表明方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验

精密称取已知含量的鱼腥草药材适量,精密加入一定量的槲皮苷对照品,依本法进行含量测定并计算回收率,结果平均回收率为 99.2%, $RSD = 1.3\%$ ($n = 6$),结果见表 1。

2.9 样品含量测定

取 7批合欢花药材,按“2.3”项下所述方法,制备供试品溶液,分别精密供试品溶液与对照品溶液各 5 μL,进样,记录色谱图,测定峰面积,计算,结果见表 2。

表 1 回收率试验 ($n = 6$)

Tab 1 Results of recovery experiments ($n = 6$)

取样量	样品含量	加入量	测得量	回收率	平均回	RSD
/g	/mg	mg	/mg	/%	收率 /%	/%
0.250 8	1.863 4	1.666 3	3.518 0	99.3	99.2	1.3
0.252 9	1.879 0	1.666 3	3.538 2	99.6		
0.253 8	1.885 7	1.666 3	3.567 4	100.9		
0.253 2	1.881 3	1.666 3	3.545 0	99.8		
0.256 3	1.904 3	1.666 3	3.551 2	98.8		
0.251 8	1.870 9	1.666 3	3.488 0	97.0		

表 2 样品测定结果

Tab 2 Results of the sample determination

样品	来源	含量 /%
1	浙江中医药大学中药饮片厂	0.732
2	浙江中医药大学中药饮片厂	1.055
3	山东省药品检验所	0.426
4	西安药市	0.224
5	杭州老百姓大药房有限公司	0.533
6	杭州天天好大药房有限公司	0.497
7	杭州九州大药房有限公司	0.612

3 讨论

以其有效成分槲皮苷含量为指标,通过对多批市场流通的合欢花药材测定,了解合欢花药材的内在质量情况,发现不同批次合欢花药材的槲皮苷含量相差较大,其原因是产地差异、或炮制加工不同,需进一步的探讨。

REFERENCES

[1] LI Z P, GAO S, HAO C S, et al. Studies on chemical constituents from the flower of *Albizia julibrissin* Durazz[J]. China J Chin Mater Med(中国中药杂志), 2000, 25(2): 103.