

用种子,其使用剂量要酌情减少;同时果皮也可以作为提取活性成分常春藤皂苷元的原料。

不同产地预知子果实、种子及果皮中常春藤皂苷元含量范围为 24.28~35.18, 37.21~58.38, 7.83~19.44 mg·g<sup>-1</sup>, 差异较大,即使同一产地含量也有一定差别,因此在实际使用过程中应注意区分药材质量的优劣。

预知子中含有十几种母核为常春藤皂苷元的皂苷类成分,将皂苷进行水解测定总皂苷元含量,更能全面反映药材的质量。

常春藤皂苷元的紫外检测波长在 210 nm 处,用紫外检测器检测时干扰多,且基线不稳定。本研究选用蒸发光散射检测器,克服了紫外检测器的不足。

影响皂苷类成分水解的因素主要有盐酸的浓度、水解温度和水解时间等,本研究采用单因素法优化了常春藤皂苷元的水解条件,确定了最佳水解参数,为含量测定中供试品的制备提供了实验依据。

## REFERENCES

- [1] Ch.P(2010)Vol I (中国药典 2010 年版. 一部) [S]. 2010: 278.
- [2] ZHOU D, JIN H, LIN H B, et al. Antidepressant effect of the extracts from Fructus Akebiae [J]. Pharmacol Biochem Behav, 2010, 94(3): 488-495.
- [3] JIN Z L, GAO N N, ZHOU D, et al. The extracts of Fructus Akebiae, a preparation containing 90% of the active ingredient hederagenin: Serotonin, norepinephrine and dopamine reuptake inhibitor [J]. Pharmacol Biochem Behav, 2012, 100(3): 431-439.
- [4] JIANG D, GAO Q P, SHI S P, et al. Triterpenoid saponins from the fruits of *Akebiae quinata* [J]. Chem Pharm Bull (Tokyo), 2006, 54(5): 595-597.
- [5] JIANG D. Studies on the chemical constituents and bioactivities of *Akebiae quinata* [D]. Changchun: Northeast Normal University, 2006.
- [6] WANG J M, WANG Z M, GAO H M, et al. Study on chemical constituents in Fruit of *Akebia trifoliata* [J]. Chin Pharm J(中国药学杂志), 2008, 43(2): 98-100.
- [7] MENG Y H, HUANG H S, YU H P, et al. Identification of main chemical constituents in extracts of Akebiae Fructus by HPLC-ESI-MS [J]. Chin Tradit Herb Drug(中草药), 2013, 44(12): 1562-1567.
- [8] LI H J, LI P. HPLC-ELSD determination of hederagenin and oleanolic acid in Flos Lonicerae [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2006, 26(6): 820-822.

收稿日期: 2014-01-10

## HPLC 同时测定芫菁子药材中槲皮素和山奈酚含量及其指纹图谱的研究

孙莲<sup>1</sup>, 严寒信<sup>2</sup>, 贾晓琴<sup>1</sup> (1.新疆医科大学, 乌鲁木齐 830011; 2.乌鲁木齐市 61 中学, 乌鲁木齐 830000)

**摘要:** 目的 建立芫菁子药材中槲皮素和山奈酚定量测定方法及芫菁子中黄酮类化合物的指纹图谱, 为芫菁子质量控制提供依据。方法 采用 HPLC 测定芫菁子药材中槲皮素和山奈酚的含量及建立芫菁子指纹图谱, 色谱条件为 ODS C<sub>18</sub> (4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相为甲醇(A)-0.4%磷酸水溶液(B), 梯度洗脱, 流速 0.7 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 254 nm, 柱温 30 ℃。结果 样品中槲皮素和山奈酚的含量分别为 0.013 1~0.035 6 mg·g<sup>-1</sup> 及 0.022 0~0.048 0 mg·g<sup>-1</sup>, 平均回收率分别为 102.8%和 99.5%。芫菁子指纹图谱中有 11 个共有峰, 对 10 批次芫菁子样品的指纹图谱进行相似度比较, 相似度较高。结论 该方法重现性好, 可行性强, 可用于芫菁子的质量评价。

**关键词:** 芫菁子; 高效液相色谱法; 指纹图谱; 槲皮素; 山奈酚

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2014)11-1347-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2014.11.012

## Contents Determination of Quercetin and Kaempferol and Fingerprint Chromatograms of *Brassica Rapa* L. Seed by HPLC

SUN Lian<sup>1</sup>, YAN Hanxin<sup>2</sup>, JIA Xiaoqin<sup>1</sup> (1.Xinjiang Medical University, Urumqi 830011, China; 2.61th Secondary Schools in Urumqi, Urumqi 830000, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish a method of content determination of quercetin and kaempferol and establish the

基金项目: 新疆维吾尔自治区自然科学基金项目(2013211A055)

作者简介: 孙莲, 女, 硕士, 教授 Tel: (010)63030566 E-mail: ydz@imm.ac.cn

fingerprint of flavonoids ingredients in *Brassica rapa* L. seed, provide a basis for quality control of *Brassica rapa* L. seed. **METHODS** The contents of quercetin and kaempferol and the fingerprint of *Brassica rapa* L. seed were determined by HPLC with ODS C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm, 5 μm) and detected at 254 nm. The mobile phase was methanol(A)-0.4% phosphoric acid solution(B) with gradient elution, and the flow rate 0.7 mL·min<sup>-1</sup>, column temperature 30 °C. **RESULTS** The contents of quercetin and kaempferol were 0.013 1–0.035 6 mg·g<sup>-1</sup> and 0.022 0–0.048 0 mg·g<sup>-1</sup>. The average recovery were 102.0% and 99.5%. There were eleven common peak in the fingerprint. The similarity of fingerprints of 10 batches of *Brassica rapa* L. seed samples were compared, and the similarity was higher. **CONCLUSION** The method was good reproducible. It had a strong feasibility, and can be used to control quality evaluation for *Brassica rapa* L. seed.

**KEY WORDS:** *Brassica rapa* L. seed; HPLC; fingerprint; quercetin; kaempferol

芜菁子为十字花科植物芜菁的干燥成熟种子, 是维吾尔族医药中常用的中药, 民间药用芜菁子油。芜菁子性苦辛、平、无毒, 具有清热解毒、清肝明目、利湿退黄、破积通淋的功效。主治青盲、目暗、黄疸、痢疾、小便不利、积聚、癰闭。芜菁子现收载于《维吾尔药材标准》上册及《卫生部药品标准(维吾尔药分册)》。标准中仅有芜菁子性状鉴定和 β-谷甾醇的薄层定性指标, 欠缺控制药材质量的定量指标及指纹图谱。现行标准不完善, 不能准确可靠地控制芜菁子药材的质量。为了更好的保证芜菁子用药安全及质量, 更加科学地评价和控制芜菁子药材质量, 本实验对新疆 10 个不同产地芜菁子药材中黄酮类成分<sup>[1-4]</sup>进行含量测定<sup>[5]</sup>, 并建立指纹图谱<sup>[6-10]</sup>, 为新疆芜菁子资源的利用和质量控制提供参考依据。

## 1 仪器与材料

LC-20A 高效液相色谱仪(日本岛津), 二极管阵列检测器; 槲皮素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 100081-200907, 纯度: 99%); 山奈酚对照品(中国药品生物制品检定所, 批号: 110861-200405, 纯度>98%); 甲醇、磷酸为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。芜菁子购自和田、喀什、喀什莎车县、喀什疏勒县、阿克苏柯坪县、阿克苏乌什县、乌鲁木齐、伊犁、哈密、吐鲁番, 不同地区芜菁子样品均由新疆医科大学药学院生药教研室帕丽达·阿不力孜教授鉴定为十字花科植物芜菁的种子。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

ODS C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 柱温 30 °C; 流动相: 甲醇(A)-0.4%磷酸水溶液(B), 梯度洗脱: 15 min, 45%A, 30 min, 55%A, 35 min, 60%A, 40 min, 70%A, 50 min, 75%A, 60 min, 85%A, 65 min, 100%A。检测波长为 254 nm, 流速为 0.7 mL·min<sup>-1</sup>, 进样量为 10 μL。色谱图见图 1。

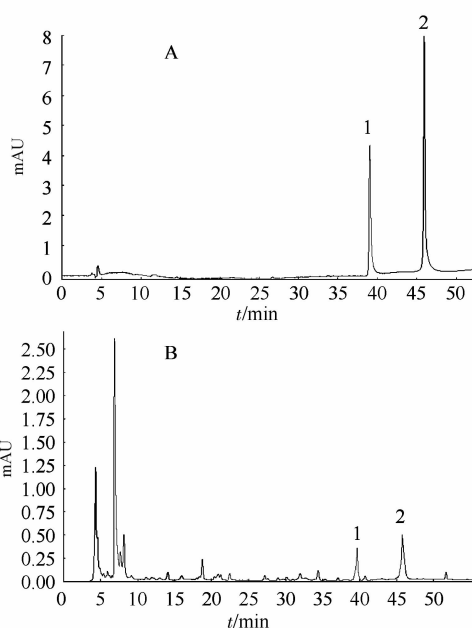


图 1 色谱图

A—对照品; B—样品; 1—槲皮素; 2—山奈酚。

**Fig. 1** HPLC chromatograms

A—standard; B—sample; 1—quercetin; 2—kaempferol.

### 2.2 溶液制备

**2.2.1 对照品溶液制备** 分别精密称取槲皮素及山奈酚对照品各 5.0 mg 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容, 摇匀, 即得槲皮素及山奈酚 0.5 mg·mL<sup>-1</sup> 的对照品储备液。

**2.2.2 供试品溶液制备** 精密称取过 60 目筛的芜菁子粉 5.0 g(60 °C 干燥至恒重), 置于 250 mL 三角瓶中, 加 30 mL 石油醚, 超声 20 min, 过滤, 滤渣挥干溶剂, 转移到 50 mL 量瓶中, 加 70% 甲醇 30 mL, 于 40 °C 时超声提取 30 min, 过滤至另一 50 mL 量瓶中, 滤液中加入 25% HCl 8 mL, 超声 30 min(50 °C 水浴)后迅速冷至室温, 用 70% 甲醇定容, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 备用。

### 2.3 含量测定

**2.3.1 标准曲线的制作** 分别精密量取以上山奈酚及槲皮素对照品储备液各 1.0 mL 于 10 mL 量瓶

中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,得浓度为 50  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的山奈酚及槲皮素混合对照品溶液,分别进样 2.5, 5, 7.5, 12.5, 17.5, 20  $\mu\text{L}$ 。以对照品溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得异槲皮苷和槲皮素的线性方程分别为  $y=3\,012.1x+17\,945$  ( $r=0.999\,2$ ),  $y=3\,260.6x+10\,850$  ( $r=0.999\,3$ ), 线性范围分别为 0.125~1.0  $\mu\text{g}$  和 0.125~1.0  $\mu\text{g}$ 。

**2.3.2 精密度试验** 取喀什市芫菁子粉 1 份,按“2.2.2”项下制备供试品溶液,重复进样 5 次,测定得槲皮素峰面积的 RSD 为 2.0%,山奈酚峰面积的 RSD 为 0.80%。

**2.3.3 重复性试验** 取喀什市芫菁子粉 5 份,按“2.2.2”项下制备供试品溶液,在“2.1”项下色谱条件分别测定,得槲皮素峰面积 RSD 为 2.3%,山奈酚峰面积的 RSD 为 2.6%。

**2.3.4 稳定性试验** 取重复性试验制备的供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 12, 24 h 进样 10  $\mu\text{L}$ ,记录峰面积,计算槲皮素含量的 RSD 为 2.8%,山奈酚含量的 RSD 为 1.9%。结果表明,样品在 24 h 内稳定。

**2.3.5 加样回收率试验** 精密称取已知山奈酚及槲皮素含量的疏勒县产芫菁子粉 1.0 g,共 9 份,于每 3 份中分别加入 0.02  $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  槲皮素对照品溶液 0.2, 0.5, 0.8 mL 和 0.025  $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  山奈酚对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6 mL,按“2.2.2”项下制备供试品溶液,平行测定 3 次,记录峰面积,带入回归方程计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果( $n=3$ )

Tab. 1 Results of recovery experiments( $n=3$ )

| 成分  | 样品含量/<br>$\mu\text{g}$ | 加入量/<br>$\mu\text{g}$ | 测得量/<br>$\mu\text{g}$ | 回收率/<br>% | 平均回<br>收率/% | RSD/<br>% |
|-----|------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------|-------------|-----------|
| 槲皮素 | 24.9                   | 4.00                  | 29.0                  | 102.5     | 102.0       | 3.8       |
|     | 24.7                   | 4.00                  | 28.8                  | 102.5     |             |           |
|     | 24.8                   | 4.00                  | 28.6                  | 95.0      |             |           |
|     | 24.4                   | 10.0                  | 34.5                  | 101.0     |             |           |
|     | 24.3                   | 10.0                  | 34.6                  | 103.0     |             |           |
|     | 24.9                   | 10.0                  | 35.4                  | 105.0     |             |           |
|     | 24.4                   | 16.0                  | 41.5                  | 106.9     |             |           |
|     | 24.5                   | 16.0                  | 41.3                  | 105.0     |             |           |
|     | 24.8                   | 16.0                  | 40.3                  | 96.9      |             |           |
|     | 37.0                   | 5.0                   | 42.1                  | 102.0     |             |           |
| 山奈酚 | 37.1                   | 5.0                   | 41.9                  | 96.0      | 99.5        | 2.3       |
|     | 36.8                   | 5.0                   | 41.6                  | 96.0      |             |           |
|     | 36.7                   | 10.0                  | 46.9                  | 102.0     |             |           |
|     | 37.2                   | 10.0                  | 47.1                  | 99.0      |             |           |
|     | 37.3                   | 10.0                  | 47.2                  | 99.0      |             |           |
|     | 36.6                   | 15.0                  | 51.8                  | 101.3     |             |           |
|     | 37.2                   | 15.0                  | 52.1                  | 99.3      |             |           |
|     | 36.8                   | 15.0                  | 51.9                  | 100.7     |             |           |

**2.3.6 样品测定** 分别精密吸取以上制备的芫菁子各批次样品 10  $\mu\text{L}$  进样,测定峰面积,计算 10 批次芫菁子中山奈酚及槲皮素含量见表 2。

表 2 各产地芫菁子样品槲皮素和山奈酚的含量( $n=3$ )

Tab. 2 The contents of qercetin and kaempferol of various origin *Brassica rapa* L. seed samples( $n=3$ )

| 编号 | 产地   | 槲皮素/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ | RSD/% | 山奈酚/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ | RSD% |
|----|------|------------------------------------|-------|------------------------------------|------|
| 1  | 疏勒县  | 0.024 9                            | 2.1   | 0.037 0                            | 1.3  |
| 2  | 喀什县  | 0.028 5                            | 2.5   | 0.022 0                            | 2.5  |
| 3  | 麦盖提  | 0.013 1                            | 0.90  | 0.048 0                            | 0.95 |
| 4  | 乌鲁木齐 | 0.027 9                            | 1.7   | 0.033 7                            | 2.1  |
| 5  | 莎车县  | 0.029 7                            | 2.9   | 0.023 0                            | 1.9  |
| 6  | 叶城县  | 0.017 3                            | 1.2   | 0.045 3                            | 2.7  |
| 7  | 巴楚县  | 0.027 0                            | 0.89  | 0.043 0                            | 1.5  |
| 8  | 疏附县  | 0.020 0                            | 2.8   | 0.041 3                            | 2.1  |
| 9  | 阿图什  | 0.019 0                            | 0.85  | 0.022 0                            | 1.6  |
| 10 | 和田   | 0.035 6                            | 1.6   | 0.030 0                            | 2.5  |

2.4 芫菁子药材指纹图谱的建立

**2.4.1 共有峰确定** 分别精密吸取 10 批次供试品溶液 10  $\mu\text{L}$  进样,记录各批次图谱,对各批次供试品所得色谱峰进行分析,选择稳定性较好、吸收强、特征明显的色谱峰作为特征指纹峰,共确定了 11 个共有峰,图 2 为新疆喀什疏勒县样品的色谱图。

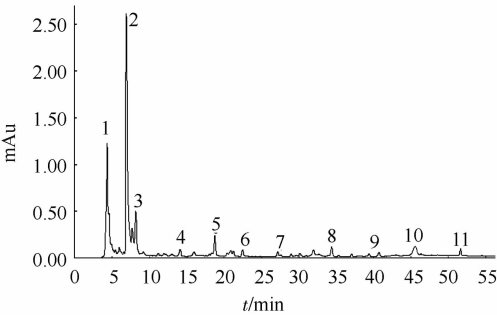


图 2 特征指纹色谱峰

Fig. 2 Characteristic fingerprint peaks

10 批不同来源芫菁子药材色谱图与对照品图谱比较,确定其中的 9 号峰为槲皮素,10 号峰为山奈酚。以山奈酚参照峰(10S)为参比,计算各共有峰与山奈酚色谱峰的相对保留时间和相对峰面积,结果表明,11 个共有峰峰面积总和均占其总峰面积 90% 以上,11 个特征峰在 10 张指纹图谱中的峰高相差较大,相对峰面积也有较大差异,表明不同产地的芫菁子药材的黄酮类成分的种类相近,但含量差别显著,结果见表 3 和图 3。

表 3 10 批次芜菁子药材共有峰的相对保留时间和相对峰面积

Tab. 3 Relative retention time and relative retention peak area of common peaks of 10 batches of *Brassica rapa* L. seed samples

| 编号  | 共有峰的相对保留时间 |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       | 共有峰的相对峰面积 |        |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-----|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|     | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    | 1         | 2      | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    |
| S1  | 0.180      | 0.264 | 0.305 | 0.397 | 0.467 | 0.642 | 0.737 | 0.816 | 0.834 | 1.000 | 1.167 | 11.120    | 39.309 | 5.810 | 4.644 | 1.025 | 0.245 | 0.197 | 0.339 | 2.370 | 1.000 | 0.229 |
| S2  | 0.184      | 0.274 | 0.304 | 0.418 | 0.463 | 0.667 | 0.766 | 0.805 | 0.901 | 1.000 | 1.171 | 23.060    | 57.439 | 8.517 | 2.135 | 1.633 | 0.070 | 0.163 | 0.025 | 3.204 | 1.000 | 0.133 |
| S3  | 0.178      | 0.255 | 0.304 | 0.404 | 0.473 | 0.654 | 0.754 | 0.827 | 0.856 | 1.000 | 1.178 | 7.553     | 27.060 | 4.594 | 1.574 | 0.810 | 0.134 | 0.246 | 0.056 | 1.700 | 1.000 | 0.275 |
| S4  | 0.186      | 0.272 | 0.304 | 0.411 | 0.459 | 0.676 | 0.411 | 0.987 | 0.872 | 1.000 | 1.173 | 15.700    | 46.896 | 7.084 | 1.749 | 0.969 | 0.891 | 0.409 | 0.515 | 2.830 | 1.000 | 0.306 |
| S5  | 0.178      | 0.284 | 0.303 | 0.402 | 0.464 | 0.653 | 0.402 | 0.996 | 0.841 | 1.000 | 1.184 | 18.289    | 61.808 | 9.801 | 3.126 | 1.655 | 0.337 | 0.818 | 0.213 | 3.560 | 1.000 | 0.169 |
| S6  | 0.182      | 0.274 | 0.303 | 0.412 | 0.471 | 0.675 | 0.412 | 0.807 | 0.904 | 1.000 | 1.165 | 17.320    | 37.846 | 0.521 | 1.026 | 1.192 | 0.435 | 0.453 | 0.543 | 2.695 | 1.000 | 0.215 |
| S7  | 0.184      | 0.273 | 0.303 | 0.405 | 0.469 | 0.657 | 0.405 | 0.809 | 0.873 | 1.000 | 1.181 | 25.140    | 54.652 | 8.184 | 1.580 | 1.765 | 0.132 | 0.209 | 0.062 | 4.706 | 1.000 | 0.284 |
| S8  | 0.185      | 0.271 | 0.304 | 0.393 | 0.478 | 0.678 | 0.393 | 0.812 | 0.847 | 1.000 | 1.179 | 10.840    | 40.623 | 7.099 | 4.320 | 0.793 | 0.055 | 0.008 | 0.023 | 2.177 | 1.000 | 0.174 |
| S9  | 0.176      | 0.269 | 0.304 | 0.401 | 0.465 | 0.645 | 0.401 | 0.803 | 0.851 | 1.000 | 1.164 | 22.047    | 59.080 | 5.742 | 1.540 | 1.800 | 1.052 | 0.565 | 0.137 | 3.500 | 1.000 | 0.669 |
| S10 | 0.183      | 0.274 | 0.303 | 0.409 | 0.468 | 0.643 | 0.409 | 0.809 | 0.862 | 1.000 | 1.160 | 17.380    | 51.969 | 8.846 | 2.252 | 1.080 | 0.069 | 0.160 | 0.025 | 3.000 | 1.000 | 0.133 |

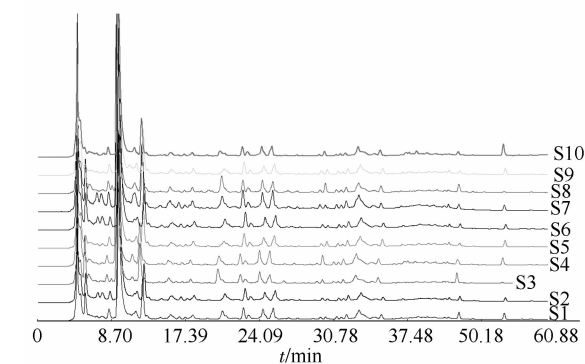


图 3 10 批次芜菁子药材的指纹图谱  
Fig. 3 HPLC fingerprint for 10 batches of *Brassica rapa* L. seed samples

表 4 各产地芜菁子药材相似度  
Tab. 4 Similarity of various origin *Brassica rapa* L. seed samples

|        | S1    | S2    | S3    | S4    | S5    | S6    | S7    | S8    | S9    | S10   | 对照指纹图谱 |
|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| S1     | 1.000 | 0.992 | 0.993 | 0.995 | 0.998 | 0.983 | 0.981 | 0.995 | 0.997 | 0.994 | 0.998  |
| S2     | 0.992 | 1.000 | 0.989 | 0.990 | 0.990 | 0.993 | 0.972 | 0.986 | 0.991 | 0.989 | 0.997  |
| S3     | 0.993 | 0.989 | 1.000 | 0.989 | 0.988 | 0.975 | 0.974 | 0.995 | 0.987 | 0.986 | 0.992  |
| S4     | 0.995 | 0.990 | 0.989 | 1.000 | 0.997 | 0.980 | 0.979 | 0.994 | 0.997 | 0.997 | 0.997  |
| S5     | 0.998 | 0.990 | 0.988 | 0.997 | 1.000 | 0.979 | 0.979 | 0.994 | 0.999 | 0.996 | 0.997  |
| S6     | 0.983 | 0.993 | 0.975 | 0.980 | 0.979 | 1.000 | 0.998 | 0.974 | 0.981 | 0.978 | 0.991  |
| S7     | 0.981 | 0.992 | 0.974 | 0.979 | 0.979 | 0.998 | 1.000 | 0.973 | 0.980 | 0.978 | 0.990  |
| S8     | 0.995 | 0.986 | 0.995 | 0.994 | 0.994 | 0.974 | 0.973 | 1.000 | 0.992 | 0.992 | 0.994  |
| S9     | 0.997 | 0.991 | 0.987 | 0.997 | 0.999 | 0.981 | 0.980 | 0.992 | 1.000 | 0.996 | 0.997  |
| S10    | 0.994 | 0.989 | 0.986 | 0.997 | 0.996 | 0.978 | 0.978 | 0.992 | 0.996 | 1.000 | 0.995  |
| 对照指纹图谱 | 0.998 | 0.997 | 0.992 | 0.997 | 0.997 | 0.991 | 0.990 | 0.994 | 0.997 | 0.995 | 1.000  |

0.20%~2.1%和 0.60%~2.0%。日间 RSD 分别为 1.2%~3.9%和 1.8%~3.6%。  
2.4.3.2 重复性试验 取同批巴楚县芜菁子药材 5 份,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,测定并计算各共有峰相对保留时间 RSD<1.1%,相对峰

2.4.2 相似度分析 10 批次样品测试数据导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》2004 年 A 版相似度软件,进行相似度的评价,各样品相似度均>0.95,不同产地药材图谱具有很高的相关性,结果见表 4。  
2.4.3 方法学考察  
2.4.3.1 精密度的试验 将以上制备的疏勒县样品溶液,在选定的色谱条件下于同一天内和不同天(5 d 每日测定 1 次)分别进样 5 次,记录色谱峰,以山奈酚的保留时间和峰面积为对照,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积日内 RSD 分别为

面积 RSD<2.0%。说明方法重复性良好。  
2.4.3.3 稳定性试验 将以上重复性试验制备的供试品溶液于 2, 4, 8, 16, 24 h 进行测定,各色谱峰相对保留时间 RSD<1.5%和相对峰面积 RSD<2.0%,表明样品在 24 h 内稳定。

### 3 讨论

#### 3.1 检测波长的选择

对槲皮素及山奈酚进行 200~400 nm 的紫外扫描,发现在 360 nm 及 254 nm 处有最大吸收,检测波长为 254 nm 时,峰数较多,分离较好,信号响应强度适当。故本实验选择 254 nm 作为芫菁子指纹图谱及含量测定的检测波长。由文献[11]可知,天然产物中黄酮类成分的紫外光谱有 300~400 nm 和 240~280 nm 两个特征吸收带,由此可判断芫菁子指纹图谱中的大部分色谱峰为黄酮类化合物,该指纹图谱主要反映了芫菁子药材中黄酮类化合物的分布情况。

#### 3.2 流动相的选择

实验了以甲醇、乙腈为流动相的 A 相,以 0.1% 磷酸水溶液、0.4% 磷酸水溶液、甲酸水溶液为流动相的 B 相,结果表明,甲醇为 A 相和 0.4% 磷酸水溶液为 B 相时,芫菁子黄酮类成分分离效果最好,峰形对称,指纹图谱结果稳定,重现性好。

#### 3.3 柱温的选择

柱温为 25, 30, 35, 40 °C 时对样品进行考察分析,结果表明,柱温越高,色谱峰的保留时间越小,但各色谱峰相对位置没有变化,分离度也没有显著改变,因此选用 30 °C 作为分离温度。

### REFERENCES

- [1] SUN L, MA Y L, BA T E, et al. Study on chemical constituents of *Brassica rapa* [J]. West China J Pharm Sci(华西药理学杂志), 2012, 26(1): 54-56

- [2] MA Y L, SUN L, ZHANG H. Determination of six major fatty acids in fatty oil of *Brassica rapa* L. seed by GC [J]. J Xinjiang Med Univ(新疆医科大学学报), 2010, 31(11): 1296-1302.
- [3] SUN L, ZHANG L J, FU J H, et al. Chemical components of the essential oil from the seeds of *Brassica rapa* L. by GC-MS [J]. West China J Pharm Sci(华西药理学杂志), 2007, 22(4): 374-375.
- [4] MAO J D, PAREDEGULI T, BUHAILIQIMU Y. Study on extraction technology of total flavonoids contents in seed of Turnip [J]. Seed(种子), 2011, 30(1): 39-41.
- [5] ZHANG Q L, WU L, YAN A D, et al. Simultaneous determination of six flavonoids in *Apocynum Venetum* by HPLC [J]. China J Chin Mater Med(中国中药杂志), 2011, 36(5): 589-593.
- [6] LU H M, PENG L H, GUO F Q, et al. High performance liquid chromatographic fingerprint analysis of flavonoids from *Houttuynia cordata* Thunb. [J]. Chin J Chromatography(色谱), 2010, 28(10): 965-970.
- [7] ZHANG W, FAN Q Y, FAN H J, et al. HPLC fingerprints for effective constituents in *Crotalaria sessiliflora* L. [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2012, 34(9): 1734-1739.
- [8] BAI Y X, TONG L G. HPLC fingerprint of the flos of *scabiosa comosa fisch* [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药理学), 2013, 30(6): 610-613.
- [9] XU H X, XU P H, LIN S H, et al. Identification on *Solanum lyratum* Thunb. by FTIR fingerprint patterns and analyzing the similarity degree of different fingerprint patterns [J]. Chin J Hosp Pharm(中国医院药学杂志), 2012, 32(8): 587-590.
- [10] WANG M Q, ZHANG L S, XIE D H. A fingerprint study on content of flavones in *Radix Bupleuri* [J]. J NanJing Univ Tradit Chin Med(南京中医药大学学报), 2009, 25(2): 132-135.
- [11] YAN Y Y, XIAO W, WU Y, et al. Fingerprint analysis of flavonoids in Sanjie Zhentong capsules by HPLC [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(5): 58-61.

收稿日期: 2014-01-13

## 畚药地稔不同时间、部位的没食子酸与槲皮素含量测定

刘敏, 余乐, 李水福\*, 刘帅英(丽水市食品药品检验所, 浙江 丽水 323000)

**摘要:** 目的 通过研究畚药地稔不同部位没食子酸、槲皮素含量的变化规律, 确定地稔最佳采收期, 研究其全草的药用价值。方法 应用高效液相色谱法测定, 色谱柱为 Agilent-SB C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-0.4%磷酸溶液, 梯度洗脱; 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温为 30 °C; 检测波长为 254 nm。结果 畚药地稔各部位中均含有没食子酸、槲皮素, 但是不同月份不同部位两活性成分含量存在差异。结论 畚药地稔叶中没食子酸、槲皮素含量均高于茎、根中两成分含量, 茎、根中两成分含量无明显区别, 地稔全株均有一定的药用价值, 以没食子酸、槲皮素含量为指标, 从保护中药资源的角度考虑, 建议以地上部位入药。最佳采收期在 5 月初、花未开时。

基金项目: 浙江丽水市科技计划项目(20100410)

作者简介: 刘敏, 女, 硕士生 Tel: (0578)2138744 E-mail: 2001lm2005@163.com \*通信作者: 李水福, 男, 主任中药师 Tel: (0578)2155989 E-mail: lsf6789@126.com