

畚药食凉茶 HPLC 特征图谱和 4 种成分含量测定

王伟影, 毛菊华, 张维波, 陈卫平* (丽水市食品药品与质量技术监督检验检测院, 浙江 丽水 323000)

摘要: 目的 采用 HPLC 建立畚药食凉茶的特征图谱, 并同时测定 4 种成分的含量。方法 以芦丁、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷、槲皮素和山柰素为对照品; 采用 Agilent Zorbax SB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 柱温 30 ℃; 乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相, 梯度洗脱, 流速 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长 360 nm。采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统对结果进行分析。结果 建立了食凉茶的特征图谱, 确定 5 个共有峰。芦丁、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷、槲皮素和山柰素的线性范围分别为 4.525~452.8 μg·mL⁻¹(*r*=0.999 9), 8.096~809.6 μg·mL⁻¹(*r*=1.000 0), 0.654~85.15 μg·mL⁻¹(*r*=1.000 0), 2.048~136.6 μg·mL⁻¹(*r*=1.000 0); 平均加样回收率分别为 100.51%(*n*=6, RSD=0.43%), 100.19%(*n*=6, RSD=0.88%), 99.98%(*n*=6, RSD=0.77%), 100.26%(*n*=6, RSD=0.69%)。结论 所建立的特征图谱相关性强, 可结合 4 种成分含量测定全面控制畚药食凉茶的质量, 为其规范使用提供科学依据。

关键词: 畚药; 食凉茶; 特征图谱; 芦丁; 山柰酚-3-*O*-芸香糖苷; 槲皮素; 山柰素; 含量测定

中图分类号: R284.1; R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2017)04-0557-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2017.04.018

Study on HPLC Characteristic Spectrum of Traditional She Medicine—Shi Liang Cha and Determination of Four Active Components

WANG Weiying, MAO Juhua, ZHANG Weibo, CHEN Weiping* (Lishui Institute for Food and Drug & Quality and Technology Control, Lishui 323000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC characteristic spectrum of traditional SHE medicine—Shi Liang Cha and simultaneous determination of four active components. **METHODS** With rutin, kaempferol-3-*O*-rutinoside, quercetin and kaempferol as reference substance, the HPLC analysis was carried on an Agilent Zorbax SB-C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) with the column temperature of 30 ℃; the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL·min⁻¹; the detection wavelength was 360 nm. The similarity evaluation system for chromatographic fingerprint of TCM was used to calculate the similar degree. **RESULTS** The HPLC characteristic spectrum of Shi Liang Cha was established with 5 common peaks. The rutin, kaempferol-3-*O*-rutinoside, quercetin and kaempferol showed a good linear relationship at the range of 4.525–452.8 μg·mL⁻¹(*r*=0.999 9), 8.096–809.6 μg·mL⁻¹(*r*=1.000 0), 0.654–85.15 μg·mL⁻¹(*r*=1.000 0), 2.048–136.6 μg·mL⁻¹(*r*=1.000 0), respectively; the average recoveries were 100.51%(*n*=6, RSD=0.43%), 100.19%(*n*=6, RSD=0.88%), 99.98%(*n*=6, RSD=0.77%), 100.26%(*n*=6, RSD=0.69%), respectively. **CONCLUSION** With a good correlation, the characteristic spectrum can be combined with the assay of 4 components to control the quality of Shi Liang Cha comprehensively, and provide scientific basis for its rational use.

KEYWORDS: traditional SHE medicine; Shi Liang Cha; characteristic spectrum; rutin; kaempferol-3-*O*-rutinoside; quercetin; kaempferol; determination

畚药食凉茶有 2 个来源^[1], 分别为蜡梅科植物柳叶蜡梅(*Chimonanthus salicifolius* S.Y.Hu)和浙江蜡梅(*Chimonanthus zhejiangensis* M.C.Liu)的干燥叶。夏秋两季叶茂盛时采收, 除去杂质, 抢水洗, 阴干或低温干燥, 是一味畚族常用药材, 曾被誉
为江西四大著名药材之一。畚民主要将其用于治疗伤食所致的痞满证和慢性胃炎, 胃及十二指肠溃疡引起的胃胀、胃痛、泛酸等, 还用于防治感

冒和流行性感
冒等^[1]。《浙江省中药炮制规范》2015 年版以畚药名“食凉茶”将其收载^[2]。现代研究表明, 食凉茶的活性成分除挥发油外, 还有黄酮、香豆素、蒽醌等非挥发性成分, 其中以黄酮类成分为多^[3-10]。综合考虑柳叶蜡梅与浙江蜡梅共同的化学成分、含量、活性、特异性等因素, 结合前期研究^[11], 本实验采取 HPLC 建立以芦丁为参照物(S 峰)的食凉茶特征图谱, 并同时测定芦丁、山

基金项目: 丽水市科技计划项目(2015RC25); 浙江省食品药品监督管理与产业发展研究会项目(ZYH2016013)

作者简介: 王伟影, 女, 副主任中药师 Tel: (0578)2661121 E-mail: onlyying0508@gmail.com *通信作者: 陈卫平, 男, 副主任药师 Tel: (0578)2661101 E-mail: cwp.790515@163.com

柰酚-3-*O*-芸香糖苷、槲皮素和山柰素 4 种成分的含量, 为规范食凉茶的使用提供科学依据。

1 材料

1.1 仪器

XS105DU 电子天平(瑞士梅特勒公司); Agilent 1260 高效液相色谱仪, DAD 检测器, Agilent ZorbaxSB-C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm)(美国 Agilent 公司); DL-360D 智能超声波清洗器(上海之信仪器有限公司)。

1.2 试剂

芦丁(批号: 100080-200707, 质量分数 90.5%)、槲皮素(批号: 100081-200907, 质量分数 96.5%)、山柰素(批号: 110861-201209, 质量分数 93.2%), 均购自中国食品药品检定研究院; 山柰酚-3-*O*-芸香糖苷(上海抚生实业有限公司, 批号: 14225, 质量分数≥98.0%, 以 98.0%计); 甲醇、乙腈为色谱纯(Merck), 磷酸为色谱纯(科密欧), 水为娃哈哈纯净水。

1.3 药材

食凉茶自行采集或市场购入, 经丽水市食品药品监督管理局与质量技术监督局中药专家李水福主任中药师鉴定, 来源见表 1, 分别粉碎, 过二号筛, 备用。

表 1 食凉茶药材一览

Tab. 1 Source of Shi Liang Cha

编号	来源	采收时间	品种鉴定
1	浙江省松阳县	2013.9	柳叶蜡梅
2	浙江省松阳县	2013.10	柳叶蜡梅
3	浙江省松阳县	2014.4	柳叶蜡梅
4	浙江省松阳县	2014.6	柳叶蜡梅
5	浙江省松阳县	2015.6	柳叶蜡梅
6	浙江省丽水市莲都区	2013.10	柳叶蜡梅
7	浙江省丽水市莲都区	2014.8	柳叶蜡梅
8	浙江省丽水市莲都区	2014.9	柳叶蜡梅
9	浙江省开化县	2013.10	柳叶蜡梅
10	浙江省开化县	2015.7	柳叶蜡梅
11	江西省婺源县	2013.10	柳叶蜡梅
12	浙江省缙云县	2014.6	柳叶蜡梅
13	浙江省云和县	2014.5	浙江蜡梅
14	浙江省云和县	2014.6	浙江蜡梅
15	浙江省云和县	2014.8	浙江蜡梅
16	浙江省云和县	2015.9	浙江蜡梅
17	浙江省庆元县	2014.5	浙江蜡梅
18	浙江省庆元县	2014.7	浙江蜡梅
19	浙江省庆元县	2015.10	浙江蜡梅
20	浙江省龙泉县	2014.8	浙江蜡梅
21	浙江省龙泉县	2015.6	浙江蜡梅
22	浙江省青田县	2014.6	浙江蜡梅
23	浙江省遂昌县	2014.4	浙江蜡梅
24	福建省寿宁县	2013.10	浙江蜡梅

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[10]

Agilent Zorbax SB-C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液, 梯度洗脱(0~10 min, 18%→30%乙腈; 10~24 min, 30%→45%乙腈), 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 柱温 30 ℃; 检测波长为 360 nm; 进样量均为 10 μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品的制备 精密称取芦丁、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷、槲皮素、山柰素对照品适量, 分别加 70%甲醇制成每 1 mL 含芦丁 2 262.5 μg、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷 809.6 μg、槲皮素 340.6 μg、山柰素 341.4 μg 的溶液, 作为储备液。精密吸取 4 种储备液制成每 1 mL 含芦丁 90.50 μg、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷 64.76 μg、槲皮素 27.25 μg、山柰素 27.31 μg 的混合溶液, 作为混合对照品溶液(已按各自质量分数折算)。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品粉末约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70%甲醇 25 mL, 密塞, 称定质量, 30 ℃以下超声处理 60 min, 放冷至室温, 再称定质量, 用 70%甲醇补足减失的质量, 摇匀, 用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤, 取续滤液做为供试品溶液。

2.3 特征图谱

2.3.1 仪器精密度试验 精密吸取同一供试品溶液(编号 3), 按“2.1”项下色谱条件连续进样 6 次, 记录色谱图。以芦丁为参照峰, 计算特征峰的相对保留时间及相对峰面积, 结果各特征峰的相对保留时间 RSD<1%, 单峰面积占总峰面积比>2%的特征峰 RSD<2%, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统进行评价, 相似度为 0.99, 表明仪器精密度良好。

2.3.2 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液(编号 3), 分别在 0, 2, 4, 8, 12, 18, 30 h 按“2.1”项下色谱条件进样, 记录色谱图。以芦丁为参照峰, 计算特征峰的相对保留时间及相对峰面积, 结果各特征峰的相对保留时间 RSD<1%, 单峰面积占总峰面积比>2%的特征峰 RSD<2%, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统进行评价, 相似度为 0.99, 表明供试品溶液在 30 h 内稳定性良好。

2.3.3 重复性试验 取同一批食凉茶(编号 3), 平行取样 6 份, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定, 记录色谱图。

以芦丁为参照峰, 计算特征峰的相对保留时间及相对峰面积, 结果各特征峰的相对保留时间 RSD<1%, 单峰面积占总峰面积比>2%的特征峰 RSD<2%, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统进行分析, 相似度为 0.99, 表明该方法重复性好。

2.3.4 特征性图谱的建立 取食凉茶粉末(编号 1~24), 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按

“2.1”项下色谱条件测定, 记录色谱图, 见图 1。依据结果, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统进行分析处理, 设定样品 5 为参照图谱, 将其他样品的色谱峰与参照图谱进行自动匹配, 生成食凉茶的特征图谱, 标定 5 个特征峰, 见图 2, 经过与对照品比对并结合 DAD 光谱, 可知 S 号峰为芦丁, 2 号峰为山柰酚-3-*O*-芸香糖苷, 3 号峰为槲皮素, 4 号峰为山柰素。

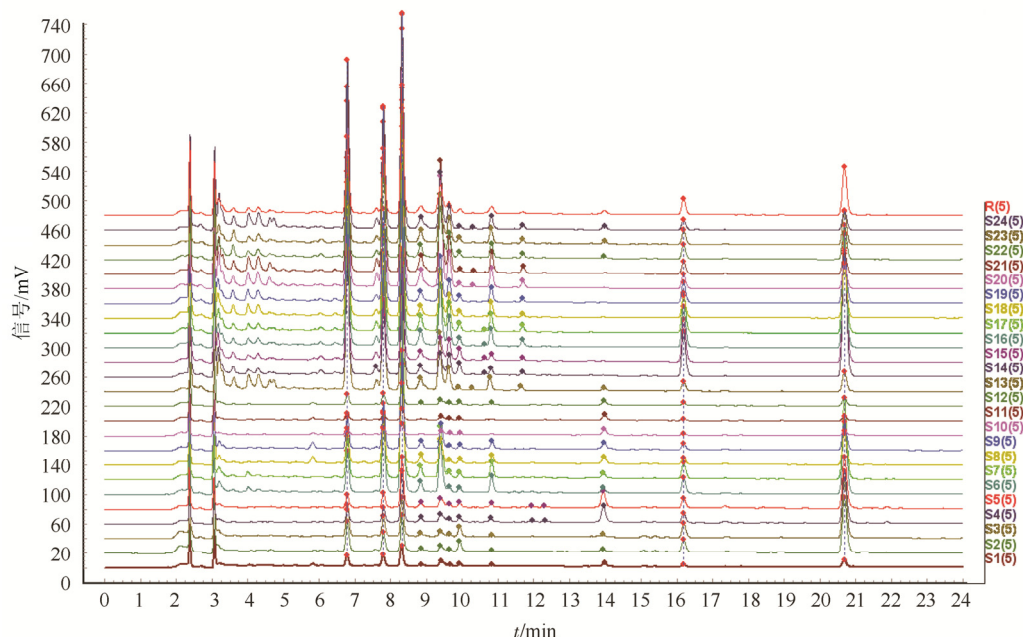


图 1 24 批食凉茶特征图谱叠加图

S1~S24-样品 1~24。

Fig. 1 HPLC overlapping characteristic spectrum of 24 batches of Shi Liang Cha

S1~S24-Sample 1~24.

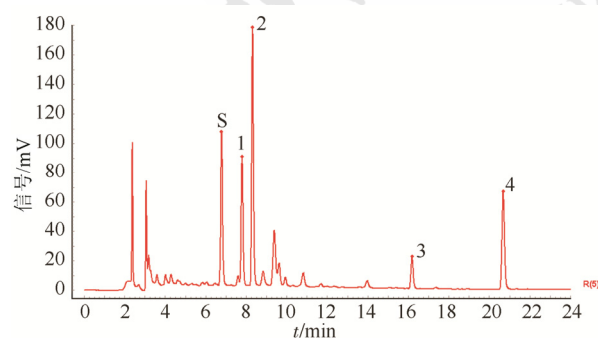


图 2 24 批食凉茶 HPLC 特征图谱的共有模式

S-芦丁; 1-共有峰; 2-山柰酚-3-*O*-芸香糖苷; 3-槲皮素; 4-山柰素。

Fig. 2 Common pattern of HPLC characteristic spectrum of Shi Liang Cha

S-rutin; 1-common peak; 2-kaempferol-3-*O*-rutoside; 3-quercetin; 4-kaempferol.

2.3.5 相似度评价 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统, 计算样品 1~24 与“2.3.4”项下建立的特征图谱的相似度, 分别为 1.00, 0.90, 0.90,

0.91, 0.99, 0.95, 0.95, 0.98, 0.98, 1.00, 1.00, 1.00, 0.94, 0.90, 0.90, 0.99, 0.99, 0.99, 0.99, 0.95, 0.95, 0.99, 0.99, 0.94, 各批食凉茶与特征图谱之间的相似度均>0.90, 表明相似度良好。24 批食凉茶共有峰的保留时间 RSD 分别为 0.53%, 0.36%, 0.54%, 0.30%, 0.24%; 1~4 号峰相对 S 峰的保留时间 RSD 分别为 0.24%, 0.20%, 0.36%, 0.42%, 结果见表 2, 表明各批次食凉茶各峰相对保留时间具有良好的一致性。

2.4 食凉茶中 4 种成分的含量测定

2.4.1 系统适用性试验 取“2.2.1”与“2.2.2”项下溶液, 按“2.1”项下色谱条件进行检测, 记录色谱图, 芦丁、山柰酚-3-*O*-芸香糖苷、槲皮素、山柰素与其他成分均可达到基线分离, 分离度均>1.5, 理论板数>20 000, 具有良好的分离效果, 结果见图 3。

表2 24批食凉茶共有峰的保留时间/相对保留时间

Tab. 2 Retention time/relative retention time of common peak of Shi Liang Cha

编号	保留时间/相对保留时间/min				
	芦丁	共有峰1	山柰酚-3-O-芸香糖苷	槲皮素	山柰素
1	6.78/1.00	7.75/1.14	8.32/1.23	16.22/2.39	20.72/3.06
2	6.78/1.00	7.76/1.14	8.31/1.23	16.22/2.39	20.73/3.06
3	6.80/1.00	7.77/1.14	8.32/1.22	16.21/2.38	20.73/3.05
4	6.83/1.00	7.79/1.14	8.35/1.22	16.23/2.38	20.74/3.04
5	6.83/1.00	7.79/1.14	8.36/1.22	16.25/2.38	20.76/3.04
6	6.83/1.00	7.78/1.14	8.36/1.22	16.24/2.38	20.73/3.04
7	6.84/1.00	7.78/1.14	8.36/1.22	16.20/2.37	20.70/3.03
8	6.86/1.00	7.81/1.14	8.39/1.22	16.23/2.37	20.70/3.02
9	6.80/1.00	7.76/1.14	8.33/1.23	16.16/2.38	20.67/3.04
10	6.84/1.00	7.77/1.14	8.35/1.22	16.19/2.37	20.69/3.02
11	6.76/1.00	7.72/1.14	8.28/1.22	16.14/2.39	20.64/3.05
12	6.76/1.00	7.72/1.14	8.28/1.22	16.16/2.39	20.65/3.05
13	6.78/1.00	7.73/1.14	8.31/1.23	16.20/2.39	20.69/3.05
14	6.80/1.00	7.74/1.14	8.33/1.23	16.22/2.39	20.72/3.05
15	6.81/1.00	7.74/1.14	8.34/1.22	16.20/2.38	20.70/3.04
16	6.78/1.00	7.73/1.14	8.30/1.22	16.19/2.39	20.70/3.05
17	6.78/1.00	7.74/1.14	8.31/1.23	16.21/2.39	20.72/3.06
18	6.79/1.00	7.74/1.14	8.32/1.23	16.21/2.39	20.72/3.05
19	6.81/1.00	7.75/1.14	8.32/1.22	16.22/2.38	20.71/3.04
20	6.76/1.00	7.73/1.14	8.21/1.21	16.08/2.38	20.56/3.04
21	6.71/1.00	7.70/1.15	8.22/1.23	16.07/2.39	20.58/3.07
22	6.84/1.00	7.78/1.14	8.38/1.23	16.23/2.37	20.68/3.02
23	6.77/1.00	7.73/1.14	8.28/1.22	16.13/2.38	20.63/3.05
24	6.74/1.00	7.71/1.14	8.26/1.23	16.13/2.39	20.63/3.06
RSD/%	0.53/0.00	0.36/0.24	0.54/0.20	0.30/0.36	0.24/0.42

2.4.2 线性关系考察 精密吸取各对照品储备液适量,制成芦丁浓度为4.525, 13.58, 30.17, 90.50, 181.0, 452.8 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 山柰酚-3-O-芸香糖苷浓度为8.096, 16.19, 48.58, 129.5, 323.8, 809.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 槲皮素浓度为0.654, 3.27, 10.22, 20.44, 40.87, 85.15 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, 山柰素浓度为2.048, 13.66, 20.48, 40.97, 81.94, 136.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合对照品溶液,按“2.1”项下色谱条件进行测定,分别以峰面积 Y 对对照品的含量 X 进行回归分析,得芦丁回归方程为 $Y=8.016\ 5X-11.182\ 0$, $r=0.999\ 9$; 山柰酚-3-O-芸香糖苷回归方程为 $Y=7.045\ 7X+13.841\ 8$, $r=1.000\ 0$; 槲皮素回归方程为 $Y=18.857\ 2X-1.539\ 2$, $r=1.000\ 0$, 山柰素回归方程为 $Y=19.912\ 8X-4.683\ 6$, $r=1.000\ 0$ 。结果表明: 芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素和山柰素分别在4.525~452.8 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、8.096~809.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、0.654~85.15 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、2.048~136.6 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 内呈良好的线性关系。

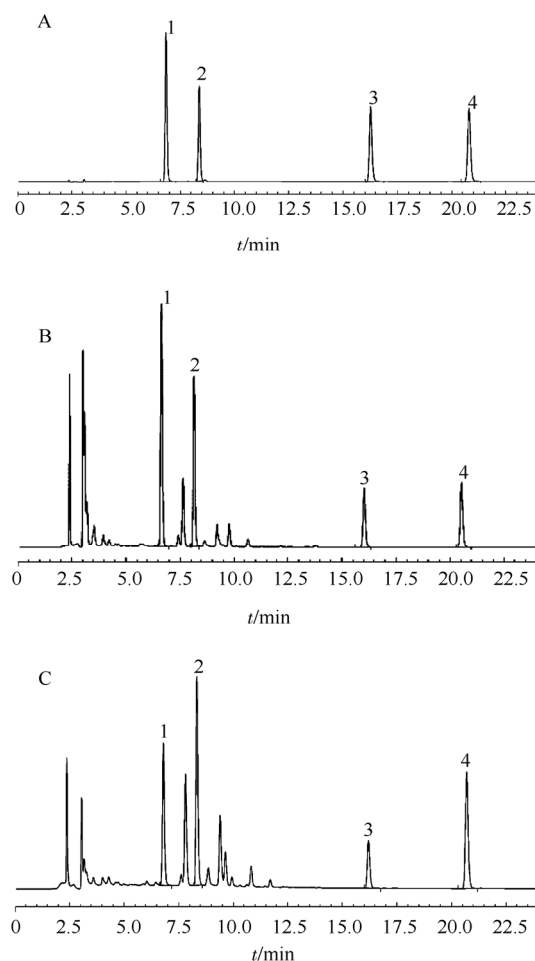


图3 高效液相色谱图

A—对照品; B—柳叶蜡梅; C—浙江蜡梅; 1—芦丁; 2—山柰酚-3-O-芸香糖苷; 3—槲皮素; 4—山柰素。

Fig. 3 HPLC chromatograms

A—Reference substance; B—*Chimonanthus salicifolius* S.Y.Hu; C—*Chimonanthus zhejiangensis* M.C.Liu; 1—rutin; 2—kaempferol-3-O-rutinoside; 3—quercetin; 4—kaempferol.

2.4.3 仪器精密度试验 取“2.2.1”项下的溶液,按“2.1”项下色谱条件连续进样5次,计算芦丁峰面积的RSD为0.23%($n=5$),山柰酚-3-O-芸香糖苷峰面积的RSD为0.19%($n=5$),槲皮素峰面积的RSD为0.11%($n=5$),山柰素峰面积的RSD为0.31%($n=5$),结果显示仪器精密度良好。

2.4.4 稳定性试验 取同一供试品溶液(编号3),分别在0, 2, 4, 8, 12, 18, 30 h按“2.1”项下色谱条件进样,结果芦丁峰面积的RSD为0.81%,山柰酚-3-O-芸香糖苷峰面积的RSD为0.67%,槲皮素峰面积的RSD为1.03%,山柰素峰面积的RSD为0.93%,表明供试品溶液在30 h内稳定性良好。

2.4.5 重复性试验 取同一批食凉茶(编号 3), 平行取样 6 份, 按“2.2.2”项下方法制备, 按“2.1”项下色谱条件测定, 计算芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素、山柰素的含量分别为 1.01, 1.06, 0.36, 2.12 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 分别为 0.53%, 0.22%, 1.50%, 1.48%, 表明该方法重复性良好。

2.4.6 回收率试验 取已知含量的食凉茶(编号 3)6 份, 每份约 0.25 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 分别精密加入芦丁对照品溶液($226.2\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$) 1 mL、山柰酚-3-O-芸香糖苷对照品溶液($269.9\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)1 mL、槲皮素对照品溶液($90.83\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)1 mL、山柰素对照品溶液($341.4\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)1.5 mL, 再分别精密加入 70%甲醇 20.5 mL, 按“2.2.2”项下方法制备回收率试液, 按“2.1”项下色谱条件测定, 测定芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素、山柰素的含量, 计算回收率, 结果见表 3。

表 3 加样回收率试验结果($n=6$)

Tab. 3 Results of recovery test($n=6$)

组分	称样量	样品中 含量/mg	对照品加 入量/mg	测得量/ Mg	回收率/%	平均值/ %	RSD/%
芦 丁	0.250 2	0.252 7	0.226 2	0.480 9	100.88	100.51	0.43
	0.250 7	0.253 2	0.226 2	0.480 3	100.39		
	0.251 0	0.253 5	0.226 2	0.481 9	100.97		
	0.251 7	0.254 2	0.226 2	0.482 1	100.74		
	0.252 0	0.254 5	0.226 2	0.481 2	100.21		
	0.250 5	0.253 0	0.226 2	0.478 9	99.87		
山柰 酚- 3-O- 芸香 糖苷	0.250 2	0.265 2	0.269 9	0.533 5	99.40	100.19	0.88
	0.250 7	0.265 7	0.269 9	0.534 9	99.73		
	0.251 0	0.266 1	0.269 9	0.540 2	101.57		
	0.251 7	0.266 8	0.269 9	0.537 6	100.33		
	0.252 0	0.267 1	0.269 9	0.539 2	100.81		
	0.250 5	0.265 5	0.269 9	0.533 6	99.32		
槲 皮 素	0.250 2	0.090 1	0.090 8	0.181 3	100.47	99.98	0.77
	0.250 7	0.090 3	0.090 8	0.180 9	99.83		
	0.251 0	0.090 4	0.090 8	0.180 2	98.94		
	0.251 7	0.090 6	0.090 8	0.181 3	99.88		
	0.252 0	0.090 7	0.090 8	0.182 6	101.19		
	0.250 5	0.090 2	0.090 8	0.180 6	99.58		
山 柰 素	0.250 2	0.530 4	0.512 1	1.038 3	99.18	100.26	0.69
	0.250 7	0.531 5	0.512 1	1.043 3	99.94		
	0.251 0	0.532 1	0.512 1	1.045 8	100.31		
	0.251 7	0.533 6	0.512 1	1.050 9	101.01		
	0.252 0	0.534 2	0.512 1	1.051 3	100.97		
	0.250 5	0.531 1	0.512 1	1.043 9	100.14		

2.4.7 食凉茶 4 种成分含量测定 取各批次样品约 0.5 g, 各 2 份, 精密称定, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定, 计算含量, 结果见表 4 和图 4。

表 4 食凉茶中芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素和山柰素的含量测定结果($n=2$)

Tab. 4 Results of content determination of samples($n=2$)

$\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$					
编号	芦丁	山柰酚-3-O- 芸香糖苷	槲皮素	山柰素	总量
1	5.94	4.70	0.83	0.94	12.41
2	7.12	4.37	0.84	0.78	13.11
3($n=6$)	1.01	1.06	0.36	2.12	4.55
4	3.13	8.47	0.96	3.65	16.21
5	0.34	1.48	0.14	0.80	2.76
6	1.40	6.37	2.40	0.53	10.70
7	0.83	2.92	0.06	0.35	4.16
8	0.81	3.27	0.04	0.24	4.36
9	2.74	2.22	0.12	0.13	5.21
10	0.76	3.95	0.09	0.59	5.39
11	1.45	1.76	0.09	0.15	3.45
12	1.00	6.79	0.11	0.55	8.45
13	3.17	4.91	0.25	0.83	9.16
14	4.40	6.10	0.34	0.76	11.60
15	7.43	8.37	0.08	0.16	16.04
16	2.37	4.46	0.21	0.51	7.55
17	6.84	8.02	0.80	1.46	17.12
18	3.61	3.58	0.06	0.13	7.38
19	4.53	6.17	0.15	0.30	11.15
20	1.41	3.74	0.06	0.21	5.42
21	2.92	6.18	0.17	0.79	10.06
22	2.85	7.93	0.22	0.82	11.82
23	1.83	2.30	0.13	0.22	4.48
24	2.86	2.20	0.40	0.38	5.84
RSD/%	71.99	49.47	138.92	106.88	49.63

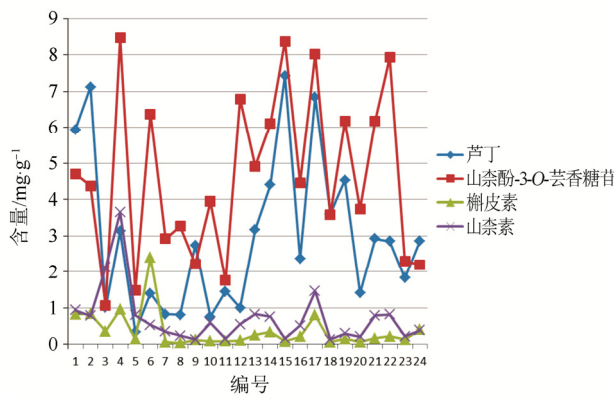


图 4 食凉茶中 4 种成分的含量分布图

Fig. 4 The content distribution of 4 components in Shi Liang Cha

3 讨论

3.1 色谱条件的选择^[10]

本实验选用梯度洗脱同时分离食凉茶中 4 种成分, 25 min 内完成分离, 芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素和山柰素分离效果良好, 且该条件可同时用于特征图谱分析。

3.2 特征图谱

24 批食凉茶 HPLC 图谱与特征图谱之间的相似度均>0.90, 相似度良好, 说明不同产地、不同采收季节的食凉茶成分比例相似, 有很好的相关性。

3.3 含量测定

由图 4 可知, 4 种成分中大体呈现一定的相关性, 其中芦丁和山柰酚-3-O-芸香糖苷相关性较明显, 呈正相关。由表 4 可知, 24 批食凉茶中芦丁的含量为 0.34~7.43 mg·g⁻¹、山柰酚-3-O-芸香糖苷的含量为 1.06~8.47 mg·g⁻¹、槲皮素的含量为 0.04~2.40 mg·g⁻¹、山柰素的含量为 0.13~3.65 mg·g⁻¹、总量为 2.76~17.12 mg·g⁻¹, RSD 分别为 71.99%, 49.47%, 138.92%, 106.88%和 49.63%, 说明不同产地、不同采收季节质量差别较大。

4 结论

本实验在同一色谱条件下, 既建立了食凉茶的特征图谱, 又同时测定了芦丁、山柰酚-3-O-芸香糖苷、槲皮素和山柰素 4 种成分的含量, 方法简便, 具备了定性定量的双重作用, 为有效控制畜药食凉茶的质量提供了科学依据。

REFERENCES

- [1] 胡剑影, 李水福. 畜药食凉茶[J]. 传统医药, 2009, 18(10): 78.
- [2] 浙江食品药品监督管理局. 浙江省中药炮制规范[S]. 中国医药科技出版社, 2015: 280-281.
- [3] OUYANG T, MAI X, XIA H Y, et al. Analysis of chemical constituents of volatile oil from *Chimonanthus salicifolius* S.Y.Hu by GC-MS [J]. J Nanchang Univ(Nat Sci)(南昌大学学报), 2010, 34(1): 77-80.
- [4] SHI X J, PAN X H, ZHANG X F, et al. Extract and analysis of volatile components in *Chimonanthus Salicifolius* by GC-MS [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2011, 17(9): 129-132.
- [5] OUYANG T, MAI X. Analysis of chemical constituents of essential oil from *Chimonanthus zhejiangensis* by GC-MS [J]. J Chin Med Mater(中药材), 2010, 33(3): 385-387.
- [6] PAN X H, SHI X J, ZHANG X f, et al. Constituents of *Chimonanthus salicifolius* and their antioxidant activity [J]. Chin J Exper Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(1): 99-102.
- [7] 贺建云. 食凉茶的化学成分研究[D]. 中南民族大学, 2010.
- [8] 张昕欣, 芦建国, 李广彬, 等. 蜡梅研究进展及趋势展望 [J]. 河北林业科技, 2008, 8(4): 42.
- [9] 孙丽仁, 何明珍, 冯育林, 等. 山蜡梅叶的化学成分研究 [J]. 中草药, 2009, 40(8): 1214-1216.
- [10] WU M, CHEN H M, GAN H N, et al. Simultaneously determination of the content of three kinds of flavonoids in *Chimonanthus Zhejiangensis* M. C. Liu by HPLC [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2015, 32(7): 863-866.
- [11] WANG W Y, MAO J H, YU H L, et al. Improvement of quality standard of traditional She Medicine—Shiliangcha [J]. Chin Arch Tradit Chin Med(中华中医药学刊), 2016, 34(1): 204-207.

收稿日期: 2016-09-12

(本文责编: 李艳芳)