

## 不同产地槐米中芦丁的含量测定

李振志<sup>1</sup> 朱 华<sup>2,3</sup> 谢 锋<sup>2</sup> 李兆阳<sup>1</sup>

(1 桂林市振达生物科技有限责任公司, 桂林, 541100; 2 成都中医药大学, 成都, 611137; 3 广西中医药大学, 南宁, 530001)

**摘要** 目的:通过测定不同产地槐米中主要活性成分芦丁的含量,评价槐米质量优劣。方法:采用高效液相色谱法, Welch XB-C<sub>18</sub>柱(5 μm, 4.6 mm × 250 mm), 流动相为甲醇和1%冰醋酸水溶液(39:61), 检测波长257 nm, 柱温30℃, 流速1.2 mL/min。结果:该方法标准曲线良好, 线性方程为 $Y = 12243X - 80.436$  ( $r = 0.9999$ ), 平均加样回收率为99.15%, RSD为1.6%。不同产地槐米中芦丁含量在13.88%~35.74%之间。结论:不同产地槐米中芦丁含量差异显著, 其中以广西桂林地区所产槐米质量较佳。

**关键词** 槐米; 芦丁; 高效液相色谱法; 不同产地

## Determination of Rutin in Flos Sophorae From Different Growing Areas

Li Zhenzhi<sup>1</sup>, Zhu Hua<sup>2,3</sup>, Xie Feng<sup>2</sup>, Li Zhaoyang<sup>1</sup>

(1 Guilin Zhen Da Bio-Tech Co., Ltd. Guilin, Guangxi 541100, China; 2 Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu, Sichuan 610075, China; 3 Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530001, China)

**Abstract Objective:** To evaluate the quality of Flos Sophorae through determining the content of rutin which is the main active ingredient of Flos Sophorae from different growing areas. **Methods:** HPLC analysis was made on a Welch XB-C<sub>18</sub> (5 μm, 4.6 mm × 250 mm) with isocratic elution 1% acetic acid-methanol (61:39) as the mobile phase was at a flow-rate of 1.2 mL/min. The detection wavelength was set at 257 nm, and the column temperature was 30℃. **Results:** The linear equation was  $Y = 12243X - 80.436$  ( $r = 0.9999$ ), and the average recovery was 99.15%, RSD = 1.6%. The content of Rutin in Flos Sophorae from different growing areas were 13.88% to 35.74%. **Conclusion:** There is variation of the rutin content in Flos sophorae from different growing areas, and the quality of samples from Guangxi Guilin were higher than those from other places.

**Key Words** Flos sophorae; Rutin; HPLC; Different growing areas

doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2013.08.034

槐米为豆科植物槐 (*Sophora japonica* L.) 的花蕾, 始载于《日华子本草》,《神农本草经》中将其列为上品, 现列在国家卫生部第一批药食同源名单中, 有凉血止血, 清肝泻火等功效<sup>[1]</sup>。槐米中富含芦丁和槲皮素等黄酮类成分, 其中主要活性成分芦丁, 具有维持及恢复毛细管的正常弹性, 增强其抵抗力, 防止血细胞凝聚等多方面的生理活性, 医药工业中常以槐米为主要原料提取芦丁<sup>[2]</sup>, 主要销往日本、东南亚和欧美等国家和地区。中国是槐米的原产地<sup>[3]</sup>, 全国各地均有栽种, 多为野生。由于品种与环境差异等因素, 各地所产槐米质量参差不齐。目前, 对不同产地槐米中芦丁含量的研究报道相对较少, 为确定最佳的药材来源, 本实验收集了广西、湖南、陕西以及越南等产地的槐米, 采用高效液相色谱法, 对不同产地槐米进行芦丁含量的测定, 为评价槐米的质量提供科学依据。

## 1 仪器与试剂

Waters 2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司, Empower 色谱工作站, Waters 2996 DAD); TU-1901 型双光束紫外可见分光光度计(北京普析科学仪器有限公司); SK3300LH 型超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司); AL104-1C 电子分析天平(瑞士梅特勒-托利仪器上海有限公司); 芦丁对照品购自中国药品生物制品检定所(批号 100080-200707); 甲醇为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯; 槐米药材分别收集于广西、湖南、陕西、山西和越南等地, 经广西中医药大学朱华教授鉴定为豆科植物槐 *Sophora japonica* L. 的花蕾。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件 Welch XB-C<sub>18</sub> 色谱柱(5 μm, 4.6 mm × 250 mm); 以甲醇-1%冰醋酸水溶液(39:61)为

流动相,检测波长 257 nm,柱温 30 ℃,体积流量为 1.2 mL / min,进样量 10 μL。在此色谱条件下,供试品及对照品色谱分离度良好,芦丁与其它组分能达到基线分离。

2.2 对照品溶液的制备及测定波长选择 精密称取芦丁对照品适量,置于 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释到刻度,制成每 1 mL 含芦丁 0.098 mg 的对照品贮备液。以甲醇为空白溶剂,采用 TU-1901 在 200~800 nm 下进行扫描,结果芦丁  $\lambda_{\max}$  = 257 nm,故采用 257 nm 为检测波长。

2.3 供试品溶液的制备<sup>[4-5]</sup> 取槐米粗粉约 0.1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,称定重量,超声处理(功率 250 W,频率 25 kHz)30 min,放冷至室温,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过即得。

2.4 线性关系考察<sup>[6]</sup> 分别精密吸取芦丁对照品溶液(0.098 mg / mL)2、4、6、8、10 μL,分别测定峰面积积分值,以芦丁对照品进样量为横坐标(X),以峰面积积分值为纵坐标(Y),绘制标准曲线,得回归方程  $Y = 12243X - 80.436$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明芦丁在 0.196~0.98 μg 范围内线性良好。

2.5 精密度试验<sup>[7]</sup> 供试品溶液按上述色谱条件测定,连续进样 6 次,每次 10 μL,记录峰面积值。结果芦丁峰面积的  $RSD = 1.20\%$ ,说明本仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验<sup>[8]</sup> 精密吸取同一供试样品溶液 10 μL,分别于 0、2、4、6、8、10、12 h 进样,记录芦丁峰面积值,结果  $RSD$  为 1.30%。表明样品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.7 重复性试验<sup>[9]</sup> 精密称取同一样品 6 份,按 2.3 项下供试品溶液的制备方法,制备成供试液,平行测定 6 次,记录峰面积值,计算出芦丁的含量,结果  $RSD$  为 0.90%,表明本方法重复性良好。

表 1 加样回收率试验结果

编号	1	2	3	4	5	6
称样量 / mg	10.20	10.17	10.13	10.19	10.03	10.15
样品中含量 / mg	3.082	3.073	3.061	3.079	3.031	3.067
加入对照品量 / mg	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
测得量 / mg	6.05	6.04	6.07	6.04	6.01	6.03
回收率 / %	98.93	98.90	100.3	98.70	99.30	98.77
平均回收率 / %	99.15					
$RSD$ / %	1.6					

2.8 加样回收率试验<sup>[9-10]</sup> 精密称取 6 份已知含量的槐米药材约 0.1 g,分别精密加入一定量的芦丁对照品溶液,按 2.3 项下供试品溶液的制备方法,制备成供

试液,分别进样,测得含量并计算回收率。结果平均加样回收率为 99.15%, $RSD$  为 1.6%。结果见表 1。

2.9 不同产地样品中芦丁含量的测定 对所收集的样品按 2.3 项下方法制备,分别精密吸取 10 μL,按上述色谱条件测定,计算芦丁的含量,求得各样品含量的平均值,结果见表 2。

表 2 不同产地槐米芦丁含量的测定结果%

编号	产地	含量 / %
1	广西桂林全州(野生)	29.80
2	广西桂林全州(栽培)	35.74
3	广西桂林阳朔(野生)	24.33
4	广西桂林阳朔(栽培)	34.47
5	广西桂林兴安(栽培)	30.22
6	湖南永州道县	26.80
7	湖南永州祁阳	29.73
8	陕西延安甘泉	27.86
9	河南郑州	20.58
10	山西太原	21.96
11	江苏南京	16.59
12	云南昆明	23.09
13	河北安国	13.88
14	贵州贵阳	25.69
15	湖北蕲春	21.07
16	越南谅山	21.67

### 3 讨论

3.1 经过超声处理和索氏提取 2 种方法的对比研究,发现 2 种方法提取的芦丁含量相差不大;比较了甲醇,70% 甲醇,50% 甲醇等提取溶剂,结果表明采用甲醇作为提取溶剂,提取效率最高;比较了 20、30、45、60 min 提取时间,实验结果表明,超声提取 30 min 效果最佳。故选择以甲醇为溶剂进行超声提取 30 min。

3.2 不同产地的槐米芦丁含量相差很大,其中广西桂林地区金槐所产槐米的芦丁含量较高(嫁接后的栽培品种所产槐米芦丁含量最高),而河北的槐米芦丁含量相对较低,低于 2010 年版《中国药典》中规定的槐米芦丁含量不得少于 15.0% 的要求。由于槐树的适应性较强,不同的地域、水土、气候等环境条件以及采收、杀青等工艺的不同都会对槐米药材质量产生一定的影响。广西桂林地区的金槐槐米常采用蒸晒的工艺处理,干燥后槐米呈金黄色,称为金槐米;山西、陕西等地的青槐槐米多数采用直接晒干的方法,干燥后槐米呈青绿色,同时米头有褶皱边,称为青槐米;越南产地的黄槐槐米常采用炒干的方法处理,干燥后槐米呈黄褐色,称为越南槐米或黄槐米。槐米外观性状和化学成分的差异,是受到环境的饰变作用影响,还是受到基因变异的影响,需要更深一步的研究。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典( I 部)[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010; 333.

[2] 龚盛昭, 何远伦. 从槐花米中提取芦丁的研究[J]. 中国资源综合利用, 2003, 1: 22 - 24.

[3] 李锋, 唐辉, 韦宵, 等. 广西全州县金槐生产存在的问题及发展对策[J]. 广西科学院学报, 2009, 25(2): 130 - 134.

[4] 莫炫永. 对藤黄健骨丸中淫羊藿苷含量测定的研究[J]. 中国中医药现代远程教育, 2007, 5(5): 38 - 40.

[5] 李玲. HPLC 法测定槐蓼消痔片中芦丁的含量[J]. 中国药事, 2007, 21(3): 185 - 186.

[6] 仇雅静. HPLC 法测定止血合剂中芦丁的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2008, 14(11): 12 - 13.

[7] 王超超. 高效液相色谱法测定珍菊降压片中芦丁的含量[J]. 浙江临床医学, 2006, 8(7): 775.

[8] 张小青, 张雪菊. HPLC 测定十味黑冰片丸中没食子酸含量[J]. 中国民族民间医药, 2012, 19: 37 - 39.

[9] 龚占峰, 陈进文, 章文颖, 等. 中药复方化妆品防晒添加剂质量分析[J]. 亚太传统医药, 2009, 5(2): 55 - 57.

[10] 林桂梅, 来有雪, 于晓黎, 等. 麸炒枳实的炮制工艺优化[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(18): 21 - 25.

(2013 - 01 - 18 收稿)

# 石花炮制工艺优化研究

包勒朝鲁<sup>1</sup> 乌兰图雅<sup>2</sup> 那生桑<sup>1</sup>

(1 内蒙古医学院蒙医药研究院, 呼和浩特, 010110; 2 内蒙古自治区国际蒙医医院, 呼和浩特, 010010)

**摘要** 目的: 根据石花的蒙医炮制目的, 优化石花炮制工艺。方法: 在老蒙医大夫的指导下, 以药材的脆性为指标, 通过水分含量的监控, 优化传统炮制方法的最佳工艺条件, 同时借鉴最佳传统炮制品, 确立石花炮制烘干法。结果: 石花微炒炮制方法的适宜条件为 110 ℃、3 min。在此条件下其水分含量均在 4.14% ~ 4.63% 之间, 重复性较好。水洗处理后石花炮制品的总灰分虽然没有明显改变, 但酸不溶性灰分有明显下降, 下降率可达到 5%。烘法的最佳条件为 60 ℃、3 h。结论: 建议蒙药石花炮制前水洗处理, 微炒的适宜条件为 110 ℃、3 min; 烘法的最佳条件为 60 ℃ 和 3 h; 炮制品水分应控制在 4.1% ~ 5.0% 之间。第二种方法方便易行, 工时短, 有利于规模化生产。

**关键词** 蒙药; 石花; 炮制工艺; 优化研究

## Study on Optimizing Processing of Shihua

Baole Zhaolu<sup>1</sup>, Wulan Tuyu<sup>2</sup>, Na Shengsang<sup>1</sup>

(1 Institute of Mongolian Medicine, Inner Mongolia Medical College, Inner Mongolia, Hohhot 010010, China;

2 International Mongolian Hospital of Inner Mongolia Autonomous Region, Inner Mongolia, Hohhot 010010, China)

**Abstract Objective:** To optimize the processing technology for Shihua according to processing purpose of Mongolian Medicine of Shihua. **Methods:** Under the instruction of doctors on Mongolian medicine, taking brittleness of the medicine as the index, through monitoring contents of water, optimizing processing conditions of traditional processing technology, and utilizing techniques from best traditional processed medicine, and finally the processing method of Shihua was indentified. **Results:** The suitable condition for light stir-frying process of Shihua was the temperature of 110 ℃ in 3 minutes. In this condition the moisture content was in the range of 4.14 to 4.63%, and repeatability was good. After water wash, the total ash of Shihua didn't change significantly, but acid insoluble ash obviously decreased by 5%. The best condition for drying process of Shihua was 60 ℃ in 3 hours. **Conclusion:** Water wash before processing is suggested. The suitable condition for light stir-frying process of Shihua would be the temperature of 110 ℃ in 3 minutes. The best condition for drying process of Shihua would be 60 ℃ in 3 hours. The moisture of the processed products should be controlled in the range of 4.1 to 5.0%. The second method is convenient, feasible with shorter working hours, and suitable for large-scale production.

**Key Words** Mongolian medicine; Shihua; Processing technology; Optimizing study

doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2013.08.035

石花为蒙医常用专用药材, 为梅衣科梅衣属植物藻纹梅花衣 (*Parmelia saxatilis* Ach.) 的干燥全体。味甘、苦, 性温, 效燥, 具有清热、解毒、开胃、止吐、止泻之

功效。临床用于肝热、肿毒、“宝日”破溃、吐血、鼻衄、血“协日”性头痛、“亚玛”、脑刺痛等疾病<sup>[1-2]</sup>。蒙医药对石花炮制的相关报道除了一少部分古籍的记载