

紫薇不同部位药材质量控制方法

刘春花^{1,2,3}, 潘洁^{1,2}, 孙佳^{2,4}, 陆苑^{2,4}, 马雪^{1,2}, 李勇军^{1,2},
龙庆德³, 张旭³, 王爱民^{1,2}, 王永林^{2,4*}

- (1. 贵州医科大学 民族药与中药开发应用教育部工程研究中心, 贵阳 550004;
2. 贵州医科大学 药物植物功效与利用国家重点实验室, 贵阳 550004;
3. 贵州医科大学 药学院, 贵阳 550004; 4. 贵州医科大学 贵州省药物制剂重点实验室, 贵阳 550004)

[摘要] 目的:建立紫薇不同部位药材(花、叶、皮)薄层色谱鉴别方法,并建立紫薇不同部位药材中鞣花酸含量测定方法,测定不同批次紫薇不同部位药材中水分、灰分和浸出物,对紫薇不同部位药材进行有效的质量控制。方法:采用薄层色谱对紫薇不同部位药材进行鉴别,展开系统为丙酮-石油醚-甲酸(3:5:0.2),分别于365,254 nm紫外光或日光下检视;建立HPLC-DAD测定紫薇不同部位药材中鞣花酸的含量,Ultimate® AQ-C₁₈色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相乙腈-0.2%磷酸水(15:85),流速1 mL·min⁻¹,检测波长254 nm,柱温40℃;进样量5~10 μL;依据2015年版《中国药典》四部通则测定了紫薇不同部位药材中的醇溶性浸出物、灰分和水分。结果:紫薇不同部位药材的薄层色谱鉴别主斑点分离较好。鞣花酸在0.2768~55.36 mg·L⁻¹呈良好的线性关系($r=0.9998$),紫薇花、叶和皮中鞣花酸的平均加样回收率分别为99.64%,99.73%,99.40%,不同批次和产地的紫薇样品中鞣花酸含量存在一定差异,紫薇花中鞣花酸含量较叶和皮高。紫薇花、叶、皮中醇溶性浸出物平均质量分数分别为18.61%,18.67%,3.78%,总灰分平均质量分数分别为6.50%,7.47%,5.62%,水分平均质量分数分别为10.51%,11.41%和14.22%。结论:该方法简便、准确、可靠,可以为更有效地控制紫薇药材质量提供依据。

[关键词] 紫薇;花;叶;皮;鞣花酸;清热解毒

[中图分类号] R284.1;R931.5;R22;R2-03 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2018)09-0064-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20180916

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20180227.0906.004.html>

[网络出版时间] 2018-02-27 13:21

Quality Control Method for Different Parts of *Lagerstroemia indica*

LIU Chun-hua^{1,2,3}, PAN Jie^{1,2}, SUN Jia^{2,4}, LU Yuan^{2,4}, MA Xue^{1,2}, LI Yong-jun^{1,2},
LONG Qing-de³, ZHANG Xu³, WANG Ai-min^{1,2}, WANG Yong-lin^{2,4*}

- (1. *Engineering Research Center for the Development and Application of Ethnic Medicine and Traditional Chinese Medicine (Ministry of Education), Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China;*
2. *State Key Laboratory of Functions and Applications of Medicinal Plants, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China;*
3. *School of Pharmacy, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China;*
4. *Guizhou Provincial Key Laboratory of Pharmaceutics, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China*)

[Abstract] **Objective:** To establish a systematic quality control method for different parts of *Lagerstroemia indica*, including qualitative and quantitative analysis by thin layer chromatography (TLC) and high performance liquid chromatography (HPLC), in order to determine alcohol-soluble extractives, ash and loss on drying,

[收稿日期] 20170803(021)

[基金项目] 贵州省民族药药效物质基础研究科技创新人才团队项目(黔科合平台人才[2016]5613);贵州省高层次创新型人才培养(百层次)(黔科合平台人才[2016]5677);贵州省中药材、民族药材质量标准研究项目(105,103,104)

[第一作者] 刘春花,博士,讲师,从事中药、民族药质量标准与物质基础研究, Tel:0851-86908468, E-mail:838717585@qq.com

[通信作者] *王永林,教授,从事中药药效物质基础与质量控制技术研究工作, Tel:0851-86908468, E-mail:gywyl@gmc.edu.cn

respectively. **Method:** TLC was applied, and the development solvent system was a mixture of acetone, petroleum ether formic acid (3:5:0.2), and the examination was under UV light at a wavelength of 365, 254 nm and daylight. HPLC was employed to determinate ellagic acid in different parts of *L. indica*, in which chromatographic separation was performed on the column Ultimate® AQ-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) with the temperature at 40 °C. Acetonitrile -0.2% and aqueous phosphoric acid (15:85) were taken as the mobile phase for isocratic elution, the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, and the detection wavelength was 254 nm. Alcohol-soluble extractives, total ash and loss on drying were measured based on *Chinese Pharmacopoeia* 2015 version. **Result:** The spots in TLC chromatograms of different parts of *L. indicae* from different batches and regions were clear, and the R_f value was appropriate. There was a good linear relationship ($r = 0.9998$) of ellagic acid at the concentration range between 0.276 8-55.36 mg·L⁻¹, and the average recovery rates of flos, folium and cortex of *L. indicae* were 99.64%, 99.73% and 99.40%, respectively. There were differences in ellagic acid concentration in various batches of samples, in which flos was higher than folium and cortex. The average contents of alcohol-soluble extractives were 18.61%, 18.67% and 3.78%, the average ash contents were 6.50%, 7.47% and 5.62%, and the losses on drying content were 10.51%, 11.41% and 14.22% in flos, folium and cortex of *L. indicae*, respectively. **Conclusion:** The method was simple, accurate and reliable, and can provide the basis for the more effective quality control of different parts *L. indica*.

[**Key words**] *Lagerstroemia indica*; flower; leave; bark; ellagic acid; clearing heat and detoxicating

紫薇花、叶、皮均可入药,为贵州省常用民间草药,分布广泛,药用资源丰富。具有清热解毒、凉血止血的功效,常用于带下、肺癆咳血、小儿惊风、小儿胎毒、疮疖痈疽、疥癣等疾病的治疗。现代药理学研究表明,紫薇属植物具有降血糖、降脂、抑制黄嘌呤氧化酶、抗氧化以及抗真菌等多种药理作用,且活性成分主要为鞣质类^[1-10]。根据文献报道及前期预试验结果,表明紫薇不同部位的药材(花、叶、皮)中均含有丰富的鞣花酸,因此,本研究选择鞣花酸作为含量测定指标成分,进而建立含量测定分析方法。目前紫薇不同部位药材(花、叶、皮)被收载于2003年版《贵州省中药材、民族药材质量标准》^[11],但仅对该药材的性状进行描述,尚未收录鉴别、含量测定、浸出物、检查项等,不能较全面地控制紫薇药材的质量,由于现今缺乏完善的质量标准,严重地限制了紫薇药材的现代开发应用。因此本研究从鉴别、含量测定、浸出物、水分和灰分等角度进行系统的研究,为完善紫薇不同部位药材质量标准提供参考依据。

1 材料

EL204 型 1/1 万电子天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司),Ultimate3000 型高效液相色谱仪[赛默飞世尔科技(中国)有限公司,包括二级阵列管检测器],CQ 系列超声波清洗仪(上海跃进医用光学器械厂)。

乙酸乙酯(批号 1601101),丙酮(批号 1408101)购自上海申博化工有限公司;无水乙醇

(批号 10009218),甲醇(批号 10014118),甲醇(批号 20160901),乙腈(批号 20160901)均购自国药集团化学试剂有限公司;甲酸(批号 20151013)购自天津科密欧化学试剂有限公司;石油醚(批号 20140418)购自利安隆博华(天津)医药化学有限公司。甲醇、乙腈为色谱纯,其余均为分析纯试剂。

紫薇皮、紫薇花、紫薇叶各 10 批样品,均采集于贵州,信息及编号如表 1 所示,所有紫薇药材由贵州医科大学龙庆德副教授鉴定为千屈菜科紫薇 *Lagerstroemia indica*,并以其中一批作为对照药材。鞣花酸对照品(成都植化纯生物技术有限公司,批号 161018,纯度 99.05%)。

2 方法与结果

2.1 紫薇不同部位药材薄层鉴别

2.1.1 供试品溶液制备 取紫薇花粉末(过三号筛)约 0.1 g,置 150 mL 锥形瓶中,加甲醇 20 mL,超声(功率 100 W,频率 40 kHz)40 min,过滤,蒸干滤液,用少量甲醇溶解残渣并稀释至约 0.5 mL,摇匀,即得。

紫薇叶供试品溶液制备:溶剂为乙酸乙酯,超声 20 min,其余步骤同紫薇花。

紫薇皮供试品溶液制备:溶剂为无水乙醇,其余步骤同紫薇花。

2.1.2 薄层色谱方法和样品鉴定 根据薄层色谱法(2015 年版《中国药典》四部通则 0502)进行试验,吸取供试品溶液、对照药材溶液各 10 μL,分别

表 1 紫薇不同部位药材收集信息

Table 1 Samples information of different parts from *Lagerstroemia indica*

药材	收集日期	产地	编号
紫薇皮	2016-07-18	花溪大学城	Zp1
紫薇皮	2016-08-14	盘县红果	Zp2
紫薇皮	2016-08-16	盘县水塘	Zp3
紫薇皮	2016-10-11	花溪大学城	Zp4
紫薇皮	2016-10-11	花溪大学城	Zp5
紫薇皮	2016-07-25	贵阳	Zp6
紫薇皮	2016-07-25	龙里	Zp7
紫薇皮	2016-09-16	凯里	Zp8
紫薇皮	2016-09-16	贵阳金阳	Zp9
紫薇皮	2016-08-23	凯里	Zp10
紫薇叶	2016-07-18	花溪大学城	Zy1
紫薇叶	2016-08-11	盘县荒坝	Zy2
紫薇叶	2016-08-16	盘县荒坝	Zy3
紫薇叶	2016-08-16	盘县水塘	Zy4
紫薇叶	2016-10-11	花溪大学城	Zy5
紫薇叶	2016-09-06	普定县马场镇	Zy6
紫薇叶	2016-10-11	花溪大学城	Zy7
紫薇叶	2016-08-16	盘县水塘	Zy8
紫薇叶	2016-07-25	贵阳	Zy9
紫薇叶	2016-07-25	龙里	Zy10
紫薇花	2016-07-18	花溪大学城	Zh1
紫薇花	2016-08-11	盘县荒坝	Zh2
紫薇花	2016-08-16	盘县荒坝	Zh3
紫薇花	2016-08-16	盘县水塘	Zh4
紫薇花	2016-10-11	花溪大学城	Zh5
紫薇花	2016-10-11	花溪大学城	Zh6
紫薇花	2016-09-06	普定县马场镇	Zh7
紫薇花	2016-08-16	盘县水塘	Zh8
紫薇花	2016-07-25	贵阳	Zh9
紫薇花	2016-07-25	龙里	Zh10

点于同硅胶 GF₂₅₄ 板上,以丙酮-石油醚-甲酸(3:5:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,紫外光波长 254 nm,紫外光或日光 366 nm 下检视。结果表明,紫薇不同部位药材(花、叶、皮)的薄层色谱存在一定差异,尤其在紫外 366 nm 处,从色谱特征上能明显区别 3 个部位药材。

2.2 紫薇不同部位药材中鞣花酸含量测定^[12-13]

2.2.1 鞣花酸对照品溶液的配制

精密称取适量鞣花酸对照品,加入少量吡啶充分溶解,用甲醇稀释

定容,配成 1 mL 含有鞣花酸 0.276 8 mg 的对照品储备液。精密吸取储备液 2.0 mL 置于 10 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,再精密吸取上述溶液 5 mL,置于 25 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,摇匀,得质量浓度为 11.07 mg·L⁻¹ 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备

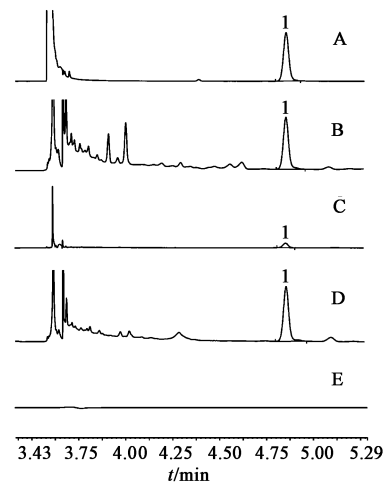
精密称取紫薇不同部位粉末(过三号筛)花、叶 0.2 g,紫薇皮 1.0 g,置于具塞锥形瓶中,加入 75% 甲醇 50 mL,称定质量,于水浴加热(80 ℃)回流提取 3 h,取出冷却至室温,称定质量,用 75% 甲醇补足减失质量,过滤,取续滤液于 0.22 μm 微孔滤膜过滤,待测。

2.2.3 色谱条件

采用 Ultimate® AQ-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈(A)-0.2% 磷酸水(B)(15:85),流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 254 nm,柱温 40 ℃,进样量 5~10 μL。

2.2.4 专属性试验

按照 2.2.1 项下方法制备对照溶液和 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,根据 2.2.3 项下色谱条件进样分析,色谱图见图 1,待测成分分离良好,不受干扰,说明该方法专属性好。



A. 对照品; B. 紫薇花; C. 紫薇皮; D. 紫薇叶; E. 空白溶剂; 1. 鞣花酸

图 1 紫薇不同部位 HPLC

Fig. 1 HPLC of different parts from *Lagerstroemia indica*

2.2.5 线性关系考察

精密吸取 2.2.1 项下对照品储备液适量,用甲醇稀释至质量浓度分别为 55.36, 27.68, 13.84, 6.92, 3.46, 1.73, 0.865 mg·L⁻¹ 的对照品溶液。照 2.2.3 项下色谱条件测定,分别精密吸取各质量浓度的对照品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪。以峰面积为纵坐标 Y,质量浓度为横坐标 X,进行线性回归,得标准曲线,回归方程为 Y = 1.877 9X - 0.339 7 (r = 0.999 8),结果表明鞣花酸质量浓度在 0.276 8 ~ 55.36 mg·L⁻¹ 时,线性关系

良好。

2.2.6 重复性试验 精密称取紫薇不同部位样品, 分别3个水平(50%, 100%, 150%)各3份, 按照供试品溶液制备方法制备样品溶液, 照**2.2.3**项下色谱条件测定, 计算结果和RSD。结果表明紫薇花、叶和皮中鞣花酸平均质量分数分别为5.363, 4.794和0.530 mg·g⁻¹, RSD分别为1.8%, 0.6%和2.9%, 提示该方法重复性较好。

2.2.7 精密度试验 在不同时间(不同日期), 精密称取紫薇花(0.2 g), 紫薇叶(0.2 g)和紫薇皮(1.0 g)各3份, 照**2.2.2**项下方法制备供试品溶液, 进样分析, 计算峰面积RSD。结果显示紫薇花、叶和皮的精密度RSD分别为2.6%, 1.2%和1.5%, 提示该方法中间精密度良好。

2.2.8 稳定性试验 取同一批紫薇花样品, 照**2.2.2**项下方法制备供试品溶液, 于0, 1, 2, 4, 8, 12, 24 h, 按**2.2.3**项下色谱条件进样分析。结果显示, 鞣花酸的峰面积RSD 1.2%, 表明供试品溶液放置24 h内稳定性良好。

2.2.9 加样回收率试验 称取紫薇花、叶约0.1 g, 紫薇皮约0.5 g, 各9份, 精密称定, 分别加入相当于样品中含量50%, 100%, 150%的对照品溶液, 每个水平分别按**2.2.2**项下方法制备3份供试品溶液, 按**2.2.3**项下色谱条件测定, 并计算紫薇花中鞣花酸的回收率, 结果见表2。紫薇花平均回收率99.64%, RSD 2.4%, 紫薇叶平均回收率99.73%, RSD 2.3%, 紫薇皮平均回收率99.40%, RSD 2.0%, 均符合检测要求, 说明该方法准确可靠。

2.2.10 药材含量测定 利用上述已建立的含量测定方法, 分析测定不同批次紫薇花、叶和皮中鞣花酸的含量, 结果见表3, 不同产地的10批紫薇花中鞣花酸质量分数0.536%~1.610%, 平均值1.035%, 紫薇叶中鞣花酸的质量分数0.330%~0.578%, 平均值0.460%, 紫薇皮中鞣花酸质量分数0.031%~0.059%, 平均值为0.045%。不同产地的紫薇不同部位药材中鞣花酸含量存在一定差异, 可能与生长环境有关, 有待进一步研究。

2.3 醇溶性浸出物测定 紫薇不同部位药材粉末(过2号筛)约2.0 g, 按照2015年版《中国药典》四部(通则2201)项下醇溶性浸出物热浸法测定法测定。测定结果见表4。结果表明, 紫薇花醇溶性浸出物质量分数14.47%~23.74%, 平均值18.61%, 紫薇叶醇溶性浸出物质量分数12.90%~24.96%, 平均值18.67%, 紫薇皮醇溶性浸出物质量分数

表2 紫薇不同部位中鞣花酸的加样回收率试验

Table 2 Recovery test of different parts from *Lagerstroemia indica*

样品	称样量 /g	样品中量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
紫薇花	0.103 3	0.554 0	0.28	0.837 3	101.18	99.64	2.4
	0.103 4	0.554 5	0.28	0.842 0	102.68		
	0.103 1	0.552 9	0.28	0.828 6	98.46		
	0.100 5	0.539 0	0.55	1.085 4	99.35		
	0.100 7	0.540 1	0.55	1.079 3	98.04		
	0.100 8	0.540 6	0.55	1.093 4	100.51		
	0.105 4	0.565 3	0.83	1.378 0	97.92		
	0.105 6	0.566 3	0.83	1.360 6	95.70		
	0.103 6	0.555 6	0.83	1.410 0	102.94		
紫薇叶	0.100 1	0.479 9	0.28	0.764 9	101.79	99.73	2.3
	0.100 2	0.480 4	0.28	0.767 2	102.43		
	0.102 1	0.489 5	0.28	0.770 0	100.18		
	0.101 4	0.486 1	0.55	1.027 9	98.51		
	0.101 2	0.485 2	0.55	1.038 4	100.58		
	0.100 7	0.482 8	0.55	1.013 8	96.55		
	0.101 1	0.484 7	0.83	1.319 7	100.60		
	0.102 3	0.490 4	0.83	1.286 6	95.93		
	0.100 9	0.483 7	0.83	1.321 8	100.98		
紫薇皮	0.502 1	0.266 1	0.14	0.408 5	101.71	99.40	2.0
	0.503 8	0.267 0	0.14	0.406 6	99.71		
	0.501 6	0.265 8	0.14	0.402 2	97.43		
	0.504 1	0.267 2	0.28	0.550 0	101.00		
	0.503 9	0.267 1	0.28	0.544 9	99.21		
	0.505 2	0.267 8	0.28	0.534 9	95.39		
	0.503 7	0.267 0	0.42	0.684 8	99.48		
	0.502 5	0.266 3	0.42	0.690 7	101.05		
	0.503 1	0.266 6	0.42	0.685 0	99.62		

1.42%~7.60%, 平均值3.78%。紫薇花和叶的醇溶性浸出物含量平均水平相当, 但均明显高于紫薇皮中的醇溶性浸出物。

2.4 灰分测定方法 取紫薇不同部位药材粉末(过2号筛)约2.0 g, 按照《中国药典》2015年版四部(通则2302)项下总灰分测定法测定。结果见表5, 紫薇花总灰分质量分数5.26%~7.84%, 平均值6.50%, 紫薇叶总灰分质量分数5.99%~9.17%, 平均值为7.47%, 紫薇皮总灰分质量分数4.55%~6.80%, 平均值5.62%。

2.5 水分测定方法 紫薇不同部位药材粉末(过2号筛)约1.0 g, 按照《中国药典》2015年版四部(通

表 3 紫薇不同部位样品鞣花酸含量测定

Table 3 Content of ellagic acid of 10 batches of different parts of *Lagerstroemia indica* %

编号	鞣花酸	编号	鞣花酸	编号	鞣花酸
Zh1	1.302	Zy1	0.578	Zp1	0.055
Zh2	1.048	Zy2	0.447	Zp2	0.031
Zh3	0.634	Zy3	0.444	Zp3	0.033
Zh4	1.610	Zy4	0.507	Zp4	0.059
Zh5	0.536	Zy5	0.330	Zp5	0.056
Zh6	1.164	Zy6	0.476	Zp6	0.039
Zh7	1.229	Zy7	0.384	Zp7	0.032
Zh8	1.144	Zy8	0.504	Zp8	0.047
Zh9	0.846	Zy9	0.468	Zp9	0.048
Zh10	0.833	Zy10	0.464	Zp10	0.046

表 4 紫薇不同部位样品醇溶性浸出物测定

Table 4 Alcohol-soluble extractives of 10 batches of different parts of *Lagerstroemia indica* %

编号	醇溶性浸出物	编号	醇溶性浸出物	编号	醇溶性浸出物
Zh1	15.55	Zy1	18.70	Zp1	7.60
Zh2	17.89	Zy2	20.74	Zp2	3.94
Zh3	17.28	Zy3	22.75	Zp3	2.13
Zh4	23.74	Zy4	16.37	Zp4	3.50
Zh5	19.92	Zy5	19.21	Zp5	3.32
Zh6	17.44	Zy6	17.12	Zp6	4.19
Zh7	16.33	Zy7	24.96	Zp7	2.85
Zh8	23.66	Zy8	12.90	Zp8	3.66
Zh9	19.82	Zy9	18.99	Zp9	1.42
Zh10	14.47	Zy10	14.99	Zp10	4.85

表 5 紫薇不同部位样品总灰分测定

Table 5 Total ash of 10 batches of different parts of *Lagerstroemia indica* %

编号	平均总灰分	编号	平均总灰分	编号	平均总灰分
Zh1	7.12	Zy1	8.27	Zp1	5.67
Zh2	5.84	Zy2	7.08	Zp2	5.43
Zh3	5.26	Zy3	5.99	Zp3	4.55
Zh4	7.84	Zy4	6.11	Zp4	6.80
Zh5	5.98	Zy5	9.17	Zp5	4.90
Zh6	6.97	Zy6	8.29	Zp6	6.07
Zh7	5.98	Zy7	7.85	Zp7	5.31
Zh8	7.02	Zy8	7.03	Zp8	5.93
Zh9	6.33	Zy9	6.84	Zp9	6.29
Zh10	6.70	Zy10	8.04	Zp10	5.21

表 6 紫薇不同部位样品水分测定

Table 6 Loss on drying of 10 batches of different parts of *Lagerstroemia indica* %

编号	水分	编号	水分	编号	水分
Zh1	11.07	Zy1	12.15	Zp1	14.35
Zh2	10.91	Zy2	11.50	Zp2	11.70
Zh3	9.89	Zy3	10.66	Zp3	14.54
Zh4	8.51	Zy4	10.90	Zp4	14.48
Zh5	11.18	Zy5	10.97	Zp5	14.39
Zh6	11.25	Zy6	12.99	Zp6	15.46
Zh7	11.29	Zy7	12.02	Zp7	14.56
Zh8	9.84	Zy8	8.97	Zp8	14.28
Zh9	13.59	Zy9	13.99	Zp9	13.68
Zh10	7.53	Zy10	10.00	Zp10	14.78

则 0832) 项下烘干法测定。结果见表 6, 紫薇花水分质量分数 7.53% ~ 13.59%, 平均值为 10.51%, 紫薇叶水分质量分数 8.97% ~ 13.99%, 平均值为 11.41%, 紫薇皮的水分质量分数 11.70% ~ 15.46%, 平均值为 14.22%。紫薇皮含水量平均值比紫薇叶和紫薇花较高。

3 讨论

3.1 薄层色谱鉴定 紫薇花、叶和皮作为贵州常用药, 对其进行薄层色谱鉴别的研究报道较少, 本文在前期研究过程中对供试品提取方法进行优化, 分别应用不同溶剂、不同提取时间等进行优化, 同时也对色谱条件进行了优化, 不同展开系统和展开剂比例均进行比较研究, 最终发现甲醇提取紫薇花的展开效果较好, 乙酸乙酯提取紫薇叶展开效果较好, 无

水乙醇对紫薇皮的提取展开效果较高, 以丙酮-石油醚-甲酸(3:5:0.2)为展开剂进行展开效果最佳。此外, 对紫薇不同部位样品进行薄层色谱的稳定性试验和系统适应性研究, 分别考察了不同厂家薄层板、不同展开温度和湿度对所建立的薄层色谱条件进行了验证, 结果表明该方法稳定可靠。

3.2 鞣花酸含量测定

3.2.1 指标选择 鞣花酸类化合物具有抗肿瘤、抗病毒、抗氧化、抗菌及增强免疫作用等多种生物活性^[14-17]。在紫薇不同部位药材中, 鞣花酸含量较高, 可能是紫薇不同部位药材治疗疾病的主要活性物质, 因此选择鞣花酸作为含量测定指标。

3.2.2 色谱条件优化 前期研究中对测定鞣花酸

的色谱条件进行了优化,包括不同色谱柱选择、不同洗脱条件、不同流速、不同柱温和不同检测波长等进行优化,结果 Ultimate® AQ-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.2% 磷酸水(15:85), 流速 1 mL·min⁻¹和柱温 40 °C 时分离效果较好,鞣花酸最佳吸收波长为 254 nm, 因此选其作为检测波长。

3.2.3 提取方法优化 通过对提取方式、不同溶剂、溶剂比例、提取时间依次进行考察,以确定紫薇不同部位药材中鞣花酸的最佳提取方法。考察了提取溶剂甲醇,乙醇,75% 甲醇,50% 甲醇,30% 甲醇对鞣花酸提取的影响,结果显示 75% 甲醇提取效率较高。考察了超声提取和回流提取对鞣花酸的影响,结果发现回流提取效果较好。还考察了不同回流时间 1,2,3,4 h,结果表明 3 h 提取效果较好。

本研究从薄层鉴别、含量测定、水分、灰分和浸出物进行研究,结果发现紫薇不同部位的药材这些指标均存在差异,可能在其生物活性方面也具有差异,还有待进一步研究。本研究为紫薇药材的质量控制提供依据。

[参考文献]

[1] 王燕. HPLC 法测定不同产地及不同采收时间大花紫薇叶中鞣花酸含量[J]. 亚太传统医药, 2014, 10(11):25-27.

[2] Choudhary B C, Paul D, Borse A U, et al. Recovery of palladium from secondary waste using soluble tannins cross-linked *Lagerstroemia speciosa* leaves powder[J]. J Chem Technol Biotechnol, 2017, 92(7):1667-1677.

[3] Sai Saraswathi V, Saravanan D, Santhakumar K. Isolation of quercetin from the methanolic extract of *Lagerstroemia speciosa* by HPLC technique, its cytotoxicity against MCF-7 cells and photocatalytic activity[J]. J Photochem Photobiol B, 2017, 171:20-26.

[4] 娄旭,张荣平,赵昱,等. 大花紫薇叶的化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2006, 18(6):962-963.

[5] 詹勤,王燕,李霞,等. 大花紫薇叶石油醚部位的化学

成分研究[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(9):2125-2127.

[6] 詹勤,王燕,李霞,等. 大花紫薇叶醋酸乙酯部位的化学成分研究[J]. 时珍国医国药, 2009, 20(8):1841-1842.

[7] 王燕,詹勤,席忠新,等. 紫薇属植物的化学成分和药理作用研究进展[J]. 药学实践杂志, 2010, 28(2):88-93.

[8] 纵伟,夏文水. 大花紫薇的化学成分和生理功能研究进展[J]. 食品与药品, 2006, 8(6):21-24.

[9] 孔杜林,陈衍成,范超军,等. 大花紫薇叶挥发油化学成分研究[J]. 海南师范大学学报:自然科学版, 2013(1):37-39.

[10] 孔祥密,崔雪靖,常美芳,等. 紫薇花的抗氧化活性研究[J]. 天然产物研究与开发, 2015, 27(2):264-266.

[11] 贵州省药品监督管理局. 贵州省中药材、民族药材质量标准[M]. 贵阳:贵州科技出版社, 2003:376-378.

[12] 黄瑞松,陆峥琳,高雪峰,等. HPLC 测定羊开口中的鞣花酸[J]. 华西药学杂志, 2017, 32(1):81-83.

[13] 苏都娜,策力木格,侯彦宏,等. HPLC 法测定蒙药复方五味清浊散中鞣花酸含量[J]. 中国民族民间医药, 2017, 26(3):40-42.

[14] 郭增军,谭林,徐颖,等. 鞣花酸类化合物在植物界的分布及其生物活性[J]. 天然产物研究与开发, 2010, 22(3):519-524, 540.

[15] Das T, Modi M, Goel T, et al. Ellagic acid & gallic acid from *Lagerstroemia speciosa* L. inhibit HIV-1 infection through inhibition of HIV-1 protease & reverse transcriptase activity[J]. Indian J Med Res, 2013, 137(3):540-548.

[16] SANG W P, MIN J K, JI Y Y, et al. Antiviral activity and possible mode of action of ellagic acid identified in *Lagerstroemia speciosa* leaves toward human rhinoviruses[J]. BMC Complement Altern Med, 2014, 14(1):171.

[17] Ramses Garcia-Nino W, Zazueta C. Ellagic acid: Pharmacological activities and molecular mechanisms involved in liver protection[J]. Pharmacol Res, 2015, 97:84-103.

[责任编辑 顾雪竹]