

# HPLC 测定不同采收期香青藤中肉桂酸苯乙酯含量

谢丽莎<sup>1</sup>, 龚志强<sup>1\*</sup>, 李婷<sup>2</sup>, 杨力龙<sup>1</sup>

(1. 广西中医药大学赛恩斯新医药学院, 南宁 530222; 2. 广东省妇幼保健院, 广州 510010)

**[摘要]** 目的: 考察香青藤不同采收期肉桂酸苯乙酯的含量, 探索药材最佳采收期, 为控制香青藤药材质量提供依据。方法: 采用高效液相色谱法(HPLC)测定肉桂酸苯乙酯, Ultimate C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液 (37:63), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 280 nm, 柱温 30 °C。结果: 香青藤药材中肉桂酸苯乙酯含量随采收期不同而差别而各异, 其中以 8,9 月份采收含量较高。结论: 所建立的方法简便、准确、重复性好, 为香青藤质量控制及规范化种植提供理论基础。

**[关键词]** 高效液相色谱法; 香青藤; 肉桂酸苯乙酯

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)12-0136-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013120136

## HPLC Determine Contents of $\beta$ -phenylethyl Cinnamate in *Illigera aromatic* from Different Collection Periods

XIE Li-sha<sup>1</sup>, GONG Zhi-qiang<sup>1\*</sup>, LI Ping<sup>2</sup>, YANG Li-long<sup>1</sup>

(1. Faculty of Chinese Medical Science Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning 530222, China; 2. Guangdong Woman and Children Hospital, Guangzhou 510010, China)

**[Abstract]** **Objective:** To determine of the contents of  $\beta$ -phenylethyl cinnamate in *Illigera aromatic* from different collection periods, to discover the inherent rule about the content change of different collection periods. **Method:** Using Ultimate C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 0.1% the phosphate buffer solution-acetonitrile (37:63) as mobile phase, the column temperature was at 30 °C, the flow rate 1.0 mL·min<sup>-1</sup> and detection wavelength was 280 nm. **Result:** The content of  $\beta$ -phenylethyl cinnamate varied in different collection periods, with the highest point in August and January. **Conclusion:** This method has good sensitivity, precision and simplicity, offers the basis of controlling the quality of *I. aromatic* and the realization of good agricultural practice.

**[Key words]** HPLC; *Illigera aromatic*;  $\beta$ -phenylethyl cinnamate

香青藤又名吹风散、黑吹风<sup>[1]</sup>, 是青藤科植物香青藤的干燥藤茎, 气香, 味辛、凉, 为广西特有的中草药资源<sup>[2]</sup>, 具有祛风活血等功效, 用于风湿骨痛, 跌打损伤, 肥大性脊椎炎等症, 同时对解痉镇痛, 降温 and 局麻有显著功效。国内外对香青藤研究较少, 主要为生药鉴定<sup>[3]</sup>和挥发油化学成分<sup>[4]</sup>研究, 本文开展香青藤

中肉桂酸苯乙酯含量测定。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪 (DAD 检测器, 美国安捷伦), LG-16W 型高速微量离心机 (北京京立), KQ-5000E 型医用超声清洗器 (昆山超声仪器有限公司), BP211D 型电子分析天平 (德国赛多利斯)。

乙腈 (色谱纯, TEDIA)、甲醇 (北京化工厂; 优级纯)、超纯水 (杭州娃哈哈)、磷酸等其他试剂均为分析纯; 香青藤药材不同月份 12 批采收自广西靖西, 经广西中医学院刘寿养教授鉴定为青藤科植物香青藤 *Illigera aromatic* S. Z. Huang et S. L. Mo 的干燥藤茎, 阴干、粉碎过 20 目筛, 药材材料见表 1。

对照品: 自制的肉桂酸苯乙酯对照品 (<sup>1</sup>H-NMR

**[收稿日期]** 20120903(010)

**[基金项目]** 广西壮族自治区科技攻关项目 (桂科攻 0815005-1-12)

**[第一作者]** 谢丽莎, 主任药师, 从事中药鉴定和药物质量控制研究

**[通讯作者]** \* 龚志强, 助教, 从事药物化学和中药质量分析研究, E-mail: gong150645259@126.com

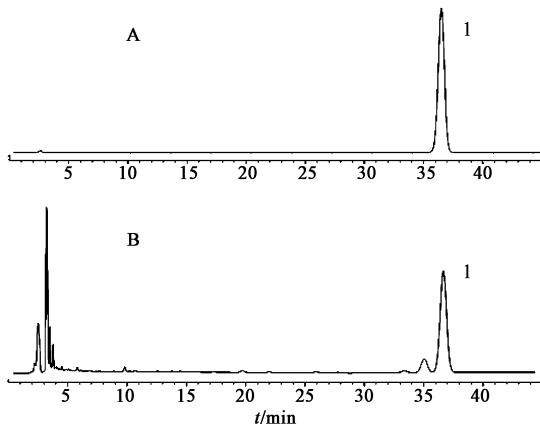
表1 香青藤实验材料

No.	采集时间	No.	采集时间
1	2008-08-11	7	2009-02-12
2	2008-09-11	8	2009-03-10
3	2008-10-12	9	2009-04-09
4	2008-11-11	10	2009-05-11
5	2008-12-12	11	2009-06-10
6	2009-01-10	12	2009-07-11

及<sup>1</sup>C-NMR数据与文献报道的一致;TLC法验证其纯度,均为单一斑点;通过HPLC面积归一化法检测,其纯度>98%)。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Ultimate C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相乙腈-0.1%磷酸水溶液(37:63),流速1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长280 nm,柱温30℃,进样量2 μL,理供试品溶液中肉桂酸苯乙酯与相邻成分达到基线分离,分离度>1.5,理论塔板数不低于5 000。色谱图见图1。



A. 对照品;B. 样品;1. 肉桂酸苯乙酯

图1 香青藤药材 HPLC

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取肉桂酸苯乙酯对照品10.6 mg,置于50 mL量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成质量浓度为0.212 g·L<sup>-1</sup>的溶液,作为对照品溶液。

**2.3 供试品溶液的制备** 取香青藤样品粉末约5 g,精密称定,置100 mL圆底烧瓶中,精密加入甲醇50 mL,称定质量,回流提取1 h,放冷,再称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过。精密吸取续滤液25 mL,置蒸发皿中水浴挥干溶剂,用甲醇溶解置10 mL量瓶中,并定容至刻度,待用。取上述样品供试液过0.45 μm的微孔滤膜即得。

**2.4 标准工作曲线的制备** 精密吸取上述肉桂酸苯乙酯对照品溶液1,2,4,6,8 mL置于10 mL量瓶中,

用甲醇稀释至刻度,摇匀,分别精密量取上述6个不同浓度的对照品溶液各10 μL注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件进行分析测定其峰面积。以对照品溶液的进样量为横坐标,色谱峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,并求出回归方程为 $Y = 9\ 241X + 146.87$  ( $r = 0.999\ 8$ )。表明肉桂酸苯乙酯进样量在0.212~2.120 μg样品峰面积和质量浓度呈良好线性关系。

**2.5 精密度考察** 精密吸取肉桂酸苯乙酯对照品溶液2 μL注入高效液相色谱仪,按2.1项下的色谱条件进行分析,分别连续进样6次,测定肉桂酸苯乙酯面积。结果RSD 0.14%,表明所用高效液相色谱仪的精密度较好。

**2.6 稳定性考察** 取香青藤干燥粉末,按2.3项下制备,室温下保存,分别在0,2,4,8,12,24 h按2.1项下的色谱条件进行进样分析,测得样品中的肉桂酸苯乙酯峰面积值,24 h内峰面积的RSD 0.75%,表明供试品溶液在24 h内稳定。

**2.7 重复性考察** 取香青藤(批次8)干燥粉末6份,按2.3项下制备得6份供试品溶液,按2.1项下的色谱条件进行分析测定,计算肉桂酸苯乙酯的含量,结果平均含量0.895 4 mg·g<sup>-1</sup>,RSD 2.49%,说明该法重复性良好。

**2.8 加样回收率考察** 采用加样回收方法,精密称取已知含量的样品适量,准确加入对照品一定量,按2.3方法,依法测定,计算加样回收率。见表2。

表2 肉桂酸苯乙酯加样回收考察

No.	药材含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回 收率/%	RSD /%
1	1.793	3.197	97.02		
2	1.787	3.245	98.67		
3	1.796	3.202	97.08		
4	1.789	3.246	98.62	97.80	1.14
5	1.798	3.269	99.05		
6	1.795	3.177	96.37		

注:加入量均为1.502 mg。

**2.9 样品测定与结果** 分别取不同采收月份的12批香青藤干燥粉末约5 g,精密称定,按供试品制备方法制备,并按2.1项下的色谱条件进行分析测定,测定峰面积,计算不同月份香青藤中肉桂酸苯乙酯的含量,结果见表3。

## 3 讨论

结果表明,香青藤中肉桂酸苯乙酯含量在不同的采收月份中含量各有差异,其中以每年的8,9月及3,

# HPLC 测定倒地铃中金圣草黄素的含量

陈君<sup>1</sup>, 李耀华<sup>2</sup>, 李晓龙<sup>2</sup>, 韦建华<sup>2\*</sup>

(1. 广西科技大学, 广西 柳州 545006; 2. 广西中医药大学, 南宁 530001)

**[摘要]** 目的:建立高效液相色谱法测定倒地铃中金圣草黄素含量的方法。方法:高效液相色谱法, GL Inertsil ODS-3 C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.1% 磷酸(35:65), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 348 nm, 柱温为常温。结果:金圣草黄素在 0.0134 ~ 0.268 μg 内呈良好的线性关系( $r=0.999\ 97$ ), 平均加样回收率为 99.74%, RSD 2.1%。结论:该方法操作简便, 结果准确, 重复性良好, 可作为测定倒地铃中金圣草黄素含量的方法。

**[关键词]** 倒地铃; 金圣草黄素; 高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)12-0138-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013120138

## Determination of Content of Chrysoeriol in *Cardiospermum halicacabum* by HPLC

CHEN Jun<sup>1</sup>, LI Yao-hua<sup>2</sup>, LI Xiao-long<sup>2</sup>, WEI Jian-hua<sup>2\*</sup>

(1. Guangxi University of Science and Technology, Liuzhou 545006, China;

**[收稿日期]** 20121119(012)

**[基金项目]** 广西教育厅科研项目(201305)

**[第一作者]** 陈君, 硕士, 讲师, 从事中药、民族药的有效成分与质量标准研究, Tel:13737239915, E-mail:lzyzchenjun@163.com

**[通讯作者]** \* 韦建华, Tel:13977166476, E-mail:Weijianhua607@tom.com

表3 香青藤肉桂酸苯乙酯含量测定

No.	肉桂酸苯乙酯/mg·g <sup>-1</sup>	No.	肉桂酸苯乙酯/mg·g <sup>-1</sup>
1	1.002 5	7	0.976 0
2	0.951 8	8	0.897 2
3	0.670 8	9	0.702 9
4	0.629 1	10	0.955 3
5	0.693 7	11	0.744 0
6	0.776 4	12	0.880 8

4月含量较高, 11, 12月份较低, 与文献报道春、秋2季采挖报道一致。肉桂酸苯乙酯含量随采收月份不规则的变化可能与香青藤为根茎入药, 受雨水、温度等影响较大, 具体因素有待进一步研究。

从香青藤药材乙酸乙酯部位分离鉴定了肉桂酸苯乙酯等4个化合物<sup>[5]</sup>, 香青藤为根茎入药, 抗炎祛风湿与其挥发性成分紧密相关, 肉桂酸苯乙酯为香青藤挥发油化学成分之一<sup>[4]</sup>, 作为香青藤不同采收期的考察指标, 可为规范化种植提供参考依据。

由于采集样品均为野生变家种的种植药材, 对

其确切的生长年限未进行考查, 可考虑规范化种植后再对香青藤最佳采收期进行深入的研究<sup>[6]</sup>, 并得出更为准确、可靠的结论。

### [参考文献]

- [1] 蓝日春, 樊立勇, 韦作干. 164种特色壮药的分类及来源[J]. 中国民族医药杂志, 2011, 17(12):36.
- [2] 林春蕊, 刘演, 许为斌, 等. 广西靖西传统药市药用植物资源的多样性[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(12):3286.
- [3] 廖月葵, 潘小娇, 辛宁. 香青藤的生药鉴定[J]. 中草药, 2000, 31(4):297.
- [4] 莫善列, 李战, 欧莹, 等. 香青藤挥发油化学成分的 GC-MS 分析[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(12):2512.
- [5] 谢丽莎, 李娉, 龚志强, 等. 香青藤化学成分研究[J]. 当代医学, 2011, 27(17):31.
- [6] 周浓, 郭吉芬, 杨丽云, 等. HPLC 测定不同采收期滇重楼中薯蓣皂苷元的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(18):54.

[责任编辑 邹晓翠]