

UV 法测定北五加皮的不同时间水提物中绿原酸的含量

关颖丽¹, 杨荣艳², 谢文新¹

(1. 通化师范学院 制药与食品科学系 吉林 通化 134002; 2. 四平市食品药品检验所 吉林 四平 136001)

摘要:以绿原酸为对照品,利用 UV 法在 UV 326 nm 处进行北五加皮不同时间水提物中绿原酸含量的测定。结果表明:绿原酸在 0.0017~0.0101 mg/mL 的范围内呈良好线性关系($r=0.9992$),平均加样回收率为 99.1%($n=6$, RSD=1.09%)。确定水提取北五加皮中绿原酸的最佳时间为 2 h,该方法简单快速、易于操作,试验结果可靠。

关键词:北五加皮;绿原酸;UV

中图分类号:S 652.4 **文献标识码:**B **文章编号:**1001-0009(2011)14-0177-02

北五加皮(又名香加皮)为萝藦科杠柳属植物杠柳(*Periploca sepium* Bge)的干燥根皮。其功效利水消肿,祛风湿、强筋骨,可用于下肢浮肿,心悸气短,风寒湿痹,腰膝酸软等症治疗^[1]。目前文献报道^[2-3]中主要针对北五加皮醇提取物中杠柳毒苷、4-甲氧基水杨醛等化学成分进行了研究,而对其所含绿原酸的研究报道很少。为了弥补单一组分含量测定评价药材质量的不足,及对其临床安全使用依据的探讨,课题组曾利用 HPLC 法对北五加皮的不同时间水提物中绿原酸的含量变化规律进行系统地研究。现采用 UV 法对其进行进一步研究,为建立多种方法进行北五加皮的质量控制提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

北五加皮购自于通化市医药大厦,经通化师范学院于俊林教授鉴定。仪器及试剂: TU-1901 型双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司),AL104 十万分之一电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所,批号:110753-200413),试剂均为分析纯。

1.2 试验方法

对照品溶液配制:精密称取绿原酸,以甲醇溶解并定容,制成浓度为 0.0421 mg/mL 的对照品溶液,备

用。供试品溶液制备^[4]:精密称取北五加皮粉末 9.9827 g,置圆底烧瓶中,加水 250 mL 进行回流提取,分别在 0.5、1、1.5、2、3、4、6、8 h 各时间点吸取 20 mL 水提液,吸取后及时向圆底烧瓶中补充 20 mL 水。将各提取液浓缩至干,用 60% 的甲醇溶解,并定容至 25 mL 容量瓶中。用前过滤,取续滤液作为供试品溶液备用。

2 结果与分析

2.1 线性关系的考察

精密量取绿原酸对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL,置于 25 mL 容量瓶中,甲醇定容,以甲醇作空白对照,在 200~500 nm 波长范围内进行波长扫描,选定绿原酸的最大吸收波长 326 nm 为测定波长。测定对照品的吸光度值,再以吸光度值为纵坐标、浓度为横坐标,绘制标准曲线。得到回归方程 $y=832x-0.027$, $r=0.9992$ 。结果表明,绿原酸对照品在 0.0017~0.0101 mg/mL 范围内呈现良好的线性关系。

2.2 稳定性试验

取供试品溶液制备项下的提取时间为 2 h 的供试品溶液 1 份,移取 1 mL 溶液,用甲醇定容至 25 mL,在 326 nm 处测吸光度,每隔 15 min 测定 1 次。结果表明,吸光度在 1.5 h 内无明显差异, RSD 为 1.81%($n=6$),供试品溶液在 1.5 h 内稳定性良好。

2.3 精密度试验

精密吸取对照品溶液 3.0 mL 共 6 份,分别置于 25 mL 量瓶中,按 2.1 项下方法操作,测定吸光度,结果 RSD 为 1.23%($n=6$),表明该方法精密度良好。

2.4 重复性试验

取供试品溶液制备项下的提取时间为 2 h 的供试品溶液 6 份,分别移取 1 mL 溶液,用甲醇定容至

第一作者简介:关颖丽(1974),女,吉林通化人,硕士,副教授,现主要从事生药有效成分的分离鉴定及生物活性研究工作。E-mail: guanyingli7151@126.com。

基金项目:吉林省教育厅科研基金资助项目(吉教科合字[2009]第 464 号)。

收稿日期:2011-04-22

25 mL, 在 326 nm 处测吸光度, 结果 RSD 为 1.43%, 表明该方法重现性良好。

2.5 加样回收率试验

精密称取 105℃干燥至恒重的绿原酸对照品约 20 mg, 置 100 mL 容量瓶中, 加水稀释并定容, 得绿原酸贮备液。分别取已知含量的北五加皮粉末约 5.0 g, 6 份, 精密称定, 分别精密加入 15.0 mL 芦丁贮备液, 按 1.2 项的方法制备提取时间为 2 h 的供试品溶液, 移取 1 mL 溶液, 用甲醇定容至 25 mL, 测定吸光度。结果表明, 平均加样回收率为 99.1% ($n=6$, $RSD=1.09\%$)。

2.6 样品中绿原酸的测定

从 8 份供试品溶液中各移取 1 mL 溶液, 分别用甲醇定容至 25 mL, 分别在 326 nm 处测吸光度, 每个样品测定 3 次, 取其平均值, 分别计算出各个供试品中绿原酸的含量(表 1)。

表 1 北加皮的不同时间水提取物中绿原酸的含量测定结果($n=3$)

编号	提取时间/h	绿原酸平均含量 UV 法/%	绿原酸平均含量 HPLC 法/%
1	0.5	0.55	0.54
2	1	0.54	0.59
3	1.5	0.61	0.63
4	2	0.63	0.64
5	3	0.59	0.61
6	4	0.50	0.51
7	6	0.54	0.53
8	8	0.41	0.41

3 结论与讨论

由于课题组曾利用 HPLC 法测定了北五加皮的不同时间水提取物中绿原酸的含量^[4], 因此将 UV 法与 HPLC 法的测定结果进行了比较。结果表明, 2 种方法测定结果基本相同, 均确定出北加皮水提取物中绿原酸的最佳提取时间为 2 h。

北五加皮药材有毒, 不宜过量和长期服用, 用量过大易引起中毒, 造成心衰甚至死亡。究其原因, 主要是缺乏科学统一的炮制工艺及药材质量标准。2010 版《中国药典》中规定, 北五加皮的检测指标为 4-甲氧基水杨醛。为能更科学地阐述北五加皮中各物质基础的作用机理, 探索多种指标性成分同时控制北五加皮药材质量及临床应用的安全性, 该课题组一直进行此方面的研究。

绿原酸是一种重要的生物活性物质, 具有抗菌、降压、保肝利胆等功能。该试验首次建立了 UV 法测定北五加皮中绿原酸含量的方法, 此方法操作简单、快速、结果准确及重现性好, 为建立多种方法进行北五加皮的质量控制研究提供参考依据, 同时为进一步开发利用北五加皮中绿原酸的药用资源提供科学依据。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中国药典(一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 240-241.
[2] 佟玲, 谭晓杰, 林景瑞, 等. RP-HPLC 法测定香加皮中异香草醛和柳毒苷和 4-甲氧基水杨醛的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(6): 961-963.
[3] 任晓亮, 刘虹, 戚爱棣, 等. HPLC 法同时测定香加皮中杠柳毒苷和 4-甲氧基水杨醛的方法改进[J]. 天津中医药, 2007, 24(4): 252-254.

Study on the Content of the Chlorogenic Acid in Water Extract of *Cortex periplocae* at the Different Times by UV

GUAN Ying-li¹, YANG Rong-yan², XIE Wen-xin¹

(1. Department of Pharmaceu tics and Food Science, Tonghua Teachers College, Tonghua, Jilin 134002; 2. Siping Institute of Pharmaceutical and Food, Siping, Jilin 136001)

Abstract: The content of chlorogenic acid in water extract of *Cortex periplocae* at the different times were determined by UV. Using chlorogenic acid as a standard substance, the content was determined by spectrophotometer at 326 nm. The linear range of rutin were 0.0017 ~ 0.0101 mg/mL ($r=0.9992$). The average recoveries was 99.1% ($n=6$, $RSD=1.09\%$). Two hours was the best time to extraction of chlorogenic acid. The method was simple, fast, feasible and accurate.

Key words: *Cortex periplocae*; chlorogenic acid; UV