药用菊花四大主流品种的质量研究

★ 欧阳辉[1] 黄小方[1] 傅国强[1] 王少军[1] 尚军[3] 杨世林[1] （1. 江西中医学院 南昌 330025；2. 新疆农业大学食品科学院 乌鲁木齐 830052）

摘要：目的：建立四种药用菊花的质量标准。方法：采用薄层层析法鉴别菊花中的木犀草苷；采用高效液相色谱法测定四种药用菊花中的木犀草苷的含量。结果：在TLC色谱中检出木犀草苷，具有较强的专属性鉴别作用；高效液相色谱法木犀草苷在40.72 ~ 243.2 μg (r = 0.999 1)内线性关系良好，木犀草苷平均回收率为98.41% (RSD = 2.54%)。结论：该法简便、准确，可用于菊花药材的质量控制。

关键词：菊花；木犀草苷；高效液相色谱法
中图分类号：R 284.1 **文献标识码**：A

Studies on quality standard of *Chrysanthemum morifolium* Ramat

OU YANG Hui[1], HUANG Xiao-fang, FU Guo-qiang[1], WANG Shao-jun[2], SHANG Jun[3], YANG Shi-lin[1]
1. *Jiangxi College of TCM*, *Nanchang* 330006;
2. *Department of Food Science*, *Xinjiang Agriculture University*, *Urumqi*, *Xinjiang* 830052

Abstract: Objective: To establish the quality standard of *Chrysanthemum morifolium* Ramat. Methods: The qualitative identification and quantitative determination of galuteolin were analyzed by TLC and HPLC respectively. Results: Galuteolin was detected by TLC. This method has powerful functions for appreciation. The calibration curves were linear in the range of 40.72 ~ 243.2 μg(r = 0.9991) for galuteolin by HPLC. The average recovery rate of galuteolin was 98.41% (RSD = 2.54%). Conclusion: This method is simple, accurate and reliable for the quality control of *Chrysanthemum morifolium* Ramat.

Key words: *Chrysanthemum morifolium* Ramat; galuteolin; HPLC

菊花来源于菊科植物菊，*Chrysanthemum morifolium* Ramat 作为一种传统中药，具有疏风，清热，明目，解毒等功效[1]，《中国药典》2005 年版一部[2]收载有杭菊、亳菊、滁菊、贡菊等四个主流品种，且以绿原酸为其质量控制的指标，但是菊花中主要成分为黄酮类化合物，同时也是菊花治疗心血管疾病的有效成分[3]，为了更好地评价其质量，本文以菊花的中木犀草苷为质量控制指标，通过 TLC 鉴别和 HPLC 分析，对菊花四大主流品种的质量进行了分析。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Agilent 1100 高效液相色谱仪，DAD 检测器，Agilent 1100 色谱工作站；电子天平(METTLER AE 240)；CAMAG 薄层色谱摄像仪(REPROSTAR 3)。

1.2 试药 硅胶 G(60 型)预制板 10 cm × 5 cm (青岛海洋化工集团公司出品，国家药典委员会监制)；乙腈(色谱纯，山东禹王)；其他试剂均为分析纯；水为重蒸水。木犀草苷对照品(自制，经 HPLC 峰面积归一法测定含量为 99.3%)。菊花药材 2006 年购(采)于安徽、浙江等地，经江西中医学院龚千峰教授鉴定，分别为杭菊、贡菊、亳菊、滁菊。

2 薄层鉴别

称取不同来源的菊花药材(剪碎)各约 1.0 g，置 100 ml 圆底烧瓶中，加 75% 乙醇 50 ml，加热回流 2 h，滤过，滤液蒸干，残渣加 50 ml 水饱和的正丁醇，超声处理 30 min，滤过，滤液蒸干，残渣加 75% 乙醇 10 ml 使溶解，作为供试品溶液。另称取木犀草苷对照品适量，加 75% 乙醇溶解配制成 0.5 mg /ml 的溶液，作为对照品溶液。分别吸取供试品溶液及对照溶液各 10 μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以氯仿-甲醇-甲酸(4:1:0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5 % 三氯化铝乙醇液，置紫外灯 365 nm 下检视，供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置

上,显相同颜色的荧光斑点,安徽贡菊、亳菊、滁菊和杭菊均能检木犀草苷。

3 含量测定

3.1 色谱条件 色谱柱为 Hypersil C_{18}柱(200 mm ×4.6 mm,5 μm)。流动相为乙腈-1% 冰醋酸溶液(40∶60);检测波长为 348 nm;流速:1.0 ml/min;柱温:25 ℃。理论塔板数按木犀草苷峰计算,应不得低于 4 000。

3.2 溶液的制备

3.2.1 对照品溶液的制备 取减压干燥至恒重的木犀草苷对照品 10 mg,精密称定重量,置 100 ml 容量瓶中,加 75% 乙醇至刻度,摇匀,即得。

3.2.2 供试品溶液的制备 取菊花药材(剪碎,过 1 号筛)约 1.0 g,精密称定,置 100 ml 圆底烧瓶瓶中,加 50 ml 75% 乙醇,加热回流 2 h,滤过,滤液蒸干,残渣用少量 75% 乙醇使溶解,转移置 25 ml 的容量瓶中,用 75% 乙醇稀释至刻度,摇匀,过 0.45 μm 滤膜,取续滤液作为供试品溶液。

3.3 线性范围考察

取木犀草苷对照品约 10 mg,精密称定,置 25 ml 容量瓶中,用 75% 乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取上述对照品溶液各 1、2、3、4、5、6 ml 分别置 6 个 10 ml 的容量瓶中,用 75% 乙醇稀释至刻度,摇匀,即得到对照品溶液。分别进样 10 μl,以对照品溶液的浓度(μg/ml)为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,得回归方程:$Y = 6948.1X - 42.473$ ($r = 0.9991$)。结果表明木犀草苷在 40.72 ~ 243.2 μg 范围内呈良好线性关系。

3.4 精密度试验

精密对照品溶液 10 μl,重复进样 6 次,测定木犀草苷峰面积积分值,得 *RSD* 为 1.73%。结果表明 6 次测定的相对标准偏差低于 2.00%,具有较好的精密度。

3.5 重现性试验

取菊花样品约 1.0 g,精密称定 6 份,按供试品溶液的制备方法制备供试液,测定,测得木犀草苷含量 *RSD* 为 2.69%,表明该方法重现性良好。

3.6 稳定性试验

取新干菊花药材约 1.0 g,精密称定,按供试品溶液的制备方法制备供试液,于 1、2、4、8、16、24 h 各进样 10 μl,测得木犀草苷峰面积积分值的 *RSD* 为 2.73%,表明供试品溶液在室温下保存 24 h 内稳定。

3.7 回收率试验

采用加样回收法,取菊花样品约 0.5 g,精密称定,加入一定量的对照品,按供试品溶液的制备方法制备并测定含量,木犀草苷平均回收率为 98.41%,*RSD* = 2.54%(n = 6)。

3.8 样品的测定

取 12 批样品,按 3.2.2 项下的“供试品溶液制备”方法操作,进样 10 μl,结果见表 1。

表 1 菊花药材含量测定结果(n=3)

序号	样品名称	来源	含量(%)	*RSD*(%)
1	贡菊	安徽歙县	0.3572	1.67
2	亳菊	安徽亳州	0.1264	1.35
3	滁菊	安徽全椒	0.0893	1.52
4	杭菊	浙江桐乡	0.2517	1.14

4 讨论

4.1 薄层鉴别的专属性

从上述薄层鉴别结果可以看出:以木犀草苷为对照品,对药典收载的四种药用菊花杭菊、亳菊、滁菊、贡菊进行薄层色谱鉴别,均检出木犀草苷,且具有一定的差异性,表明该方法具有较强的专属性鉴别作用,且方法简便、可靠。

4.2 检测波长的选择

采用高效液相色谱仪的二极管阵列检测器的波长扫描功能,进行波长扫描,发现木犀草苷在 348 nm 处有最大吸收,故采用 348 nm 为木犀草苷的检测波长。

4.2 提取溶剂的选择

木犀草苷在 75% 的乙醇中溶解性较好,所以本实验采取用 75% 的乙醇直接提取菊花药材,结果表明提取率较好。

4.3 提取方法的确定[2]

参考《中国药典》2005 年版一部中的菊花的提取方法根据木犀草苷的性质采用了回流提取法,该方法提取率完全,操作简便,可用于菊花药材中含量测定的提取方法。

4.4 木犀草苷的含量

2005 版《中国药典》还未建立规定菊花中木犀草苷含量测定方法,由本实验的出的结论四种菊花的平均含量分别为贡菊 0.3572%、亳菊 0.1264%、滁菊 0.0893%、杭菊 0.2517%。由于菊花中主要成分为黄酮类化合物,同时也是菊花治疗心血管疾病的有效成分,建议菊花药材含量测定增加木犀草苷的含量测定。

参考文献

[1]钱频非. 高效液相色谱法测定野菊花中木犀草素的含量[J]. 中国药房. 2005,16(22):1 741.

[2]国家药典委员会. 中国药典 2005 年版一部[S]. 北京:化学工业出版社,2005:218.

[3]李鹏,陈崇宏,张永红. 四种药用菊花内在质量的比较研究[J]. 海峡药学. 2006,18(2):66 – 67.

(收稿日期:2008-11-24)

●中药研究●