

9种杨属植物雄花序中黄酮类含量的HPLC法测定

王欣 汪红 王强

(中国药科大学中药分析教研室,南京 210038)

Determination of flavonoids in the male inflorescence of *Populus* L. by HPLC WANG Xin, WANG Hong, WANG Qiang (China Pharmaceutical University, Nanjing 210038), J. Plant Resour. & Environ. 2000, 9(1): 61~62

Abstract: The determination of flavonoids in the male inflorescence of 9 species of *Populus* L. was carried out by HPLC. Shim-pack ODS 150 mm×6 mm column and CH₃OH-5% HCOOH (water solution) (62.5:37.5) were used as mobile phase. The average recovery of chrysanthemum was 100.4% and RSD was 2.76%. The method was proved to be simple and sensitive that can be used for the medicinal quality evaluation of *Populus* L. It shows that flavonoids are different in varieties and contents among different species, while chrysanthemum is the common constituent of male inflorescence.

关键词: 杨属植物; HPLC; 黄酮类; 含量测定

Key words: *Populus* L.; HPLC; flavonoids; quantitative analysis

中图分类号: Q946.83; S792.11; R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1004-0978(2000)01-0061-02

杨树(杨柳科 Salicaceae 杨属 *Populus* L. 植物)树皮、雄花序、芽脂、叶等均可药用。1977年版《中国药典》收载加杨(*Populus × canadensis* Moench)、毛白杨(*Populus tomentosa* Carr.)及杨属其他植物的雄花序,用于治疗细菌性痢疾及急性肠炎。文献报道其抗菌有效成分为白杨素及其他黄酮类成分。黄酮类成分也是杨属植物的主要活性成分之一。本文就9种杨属植物雄花序中的3种黄酮类成分进行HPLC定量测定,此法简便易行,灵敏可靠,可作为杨属植物雄花序品质评价的依据。

1 实验部分

1.1 仪器与试药

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪; SPD-10A 紫外检测器; SCL-10A 系统控制器; HS 系列色谱数据工作站, Ver3.4(杭州英谱科技开发有限公司)。

白杨素(chrysanthemum)、乔松素(pinocembrin)、乔松酮(pinostrobin)对照品均为自提。经光谱鉴定,定量分析对照品纯度均在98%以上。样品为作者采集并经分类鉴定。

甲醇(色谱纯), 甲酸(分析纯), 重蒸馏水。

1.2 色谱条件^[1]

色谱柱: Shim-pack ODS 150 mm×6 mm; 流动相: 甲醇: 5% 甲酸水溶液(62.5:37.5); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 25℃; 检测波长: 275 nm; 灵敏度: 0.01 AUFS。

1.2.1 线性关系及线性范围测定 取各对照品精密称定, 用甲醇配制成白杨素 13.92 μg/mL、乔松素 5.44 μg/mL、乔松酮 8.24 μg/mL 的混合对照品溶液, 分别进样 4、8、12、16 和 20 μL, 用上述色谱条件测定, 以峰面积对对照品量作标准曲线, 其回归方程为:

$$Y_{\text{白杨素}} = 2.359 \times 10^6 X - 778 \quad r = 0.999 \ 9,$$

线性范围为 0.055~0.278 μg

$$Y_{\text{乔松素}} = 9.730 \times 10^5 X - 527 \quad r = 0.999 \ 9,$$

线性范围为 0.021~0.108 μg

$$Y_{\text{乔松酮}} = 8.079 \times 10^5 X + 10.527 \quad r = 0.999 \ 4,$$

线性范围为 0.033~0.164 μg

1.2.2 精密度 精密吸取混合对照品溶液 20 μL, 重复进样 5 次(*n*=5), 各对照品峰面积的相对标准偏差 RSD<2%。

1.3 样品测定与加样回收率实验

1.3.1 样品测定 取样品约 1 g, 精密称定, 以醋酸乙酯 100 mL, 索氏提取至无色, 提取液回收至干, 用甲醇定容于 50 mL 容量瓶中。进样前, 经硅胶色谱小预柱(河北津杨滤材厂)处理, 除去杂质, 进样 5 μL, 按上述色谱条件测定, 测得峰面积, 代入回归方程, 计算。结果见表 1。

1.3.2 加样回收率实验 精密称取已知含量的加杨雄花序, 精密添加白杨素对照品(其他对照品因量不足未做), 按样品测定方法提取及测定, 计算回收率。得平均回收率为 100.4%, RSD 为 2.76%(见表 2)。

2 结果与讨论

9种杨属植物雄花序中黄酮类含量的HPLC法测定结果表明: 白杨素为杨属植物雄花序的共有成分(河北杨 *P. hopeiensis* Hu et Chow 中含量较低, 定量未检出, 定性可鉴别), 不同种中黄酮类成分的种类和含量不同, 有品种间差异性。加杨、毛白杨及杨属其他植物的雄花序可用于治疗急性

收稿日期: 1999-10-22

作者简介: 王欣, 女, 1972年2月生, 博士, 从事中药及分子生物学研究。

表1 杨属植物雄花序中黄酮类成分的含量

Table 1 Content of flavonoids in the male inflorescence of *Populus* L.

植物名 Species	产地 Locality	采集时间 Collecting time	黄酮含量 Content of flavonoids (%) ¹⁾ n=3		
			白杨素 Chrysin	乔松素 Pinocerbin	乔松酮 Pinostrobin
白杨组 Sect. <i>Populus</i>					
银白杨 <i>P. alba</i> L.	江苏南京 Nanjing, Jiangsu	1996.4	0.01	-	-
新疆杨 <i>P. alba</i> L. var. <i>pyramidalis</i>	辽宁沈阳 Shenyang, Liaoning	1994.7	0.01	0.01	-
毛白杨 <i>P. tomentosa</i> Carr.	江苏南京 Nanjing, Jiangsu	1994.7	0.03	0.10	0.01
山杨 <i>P. davidiana</i> Dode	辽宁沈阳 Shenyang, Liaoning	1994.7	0.04	-	-
河北杨 <i>P. hopeiensis</i> Hu et Chow	内蒙包头 Baotou, Neimeng	1994.7	-	-	-
青杨组 Sect. <i>Tacamahaca</i>					
小青杨 <i>P. psuedo-simonii</i> Kitag.	辽宁沈阳 Shenyang, Liaoning	1994.7	0.08	0.01	-
黑杨组 Sect. <i>Aigeiros</i>					
加杨 <i>P. × canadensis</i> Moench	辽宁沈阳 Shenyang, Liaoning	1994.7	0.10	0.08	0.02
北京杨 <i>P. × beijingensis</i> W.Y. Hsu	辽宁沈阳 Shenyang, Liaoning	1994.7	0.10	0.07	-
小黑杨 <i>P. × xiaohai</i> T.S. Hwang et Liang	辽宁沈阳 Shenyang, Liaoning	1994.7	0.02	0.02	-

1)“-”：未检出 No detectable

表2 白杨素回收率测定

Table 2 Determination of recovery of chrysin

No.	样品中白杨素重 Standard in sample (mg)	加入白杨素重 Added standard (mg)	测得白杨素重 Assayed standard (mg)	回收率 Recovery (%)
1	1.00	0.97	1.97	100.0
2	1.01	1.41	2.39	97.8
3	1.04	2.10	3.21	103.3
Average			100.4	
RSD (%)			2.76	

肠炎、细菌性痢疾,其产品“痢消灵片”经临床观察总有效率为88%,与痢特灵无明显差异。其中的抗菌有效成分为白杨素及其他黄酮类。经定量分析,加杨和毛白杨中白杨素及乔松素均较高,说明其药用品质优于其他杨属植物雄花序。此

外,杨属植物在抗病毒、抗溃疡等方面也显示出良好活性。

我国杨属植物资源丰富,药用历史较长,药用部位主要为树皮、叶、雄花序、芽脂,在抗菌、抗炎、抗肿瘤、心血管保护等方面有显著的药理活性。因此,杨属植物的药用价值有良好的开发利用前景。但目前杨属植物除作木材使用外,其他部位等一直未被利用,造成严重的资源浪费。杨属植物的综合开发利用是一个迫切需要解决的问题。

参考文献

- [1] Baiocchi C, Marengo E, Roggero M A, et al. A chromatographic and chemometric study of the bark phenolic compounds of two poplar clones with different resistance to *discosporium populeum* [J]. Chromatographia, 1994, 39(7/8): 481.

(责任编辑:惠 红)