

ICS 65.020

B38

备案号: 52136-2017

DB15

内蒙古自治区地方标准

DB 15/T 1074—2017

尖叶胡枝子总黄酮制备与检测

Preparation and Detection of Total Flavonoids from *Lespedeza
hedysaroides*

2016 - 11 - 28 发布

2017 - 02 - 28 实施



内蒙古自治区质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国农业科学院草原研究所提出。

本标准由内蒙古自治区质量技术监督局归口。

本标准起草单位：中国农业科学院草原研究所。

本标准主要起草人：阿拉木斯、吴洪新、王育青、乌兰巴特尔、常春、戴雅婷、赵金梅、张晓庆、赵海霞、孙娟娟、刘洪林。

尖叶胡枝子总黄酮制备与检测

1 范围

本标准主要规定了尖叶胡枝子总黄酮的命名、制备、性状、鉴别、检查及含量测定。
本标准适用于尖叶胡枝子总黄酮的实验室提取与应用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中国药典》2005年版一部附录IXH “水分测定法”

《中国药典》2005年版一部附录IXJ “炽灼残渣检查法”

《中国药典》2005 年版一部附录 IXE “重金属检查法”

《中国药典》2005年版一部附录IXF “砷盐检查法”

《中国药典》2005年版一部附录VA “分光光度法”

3 术语和定义

下列术语与定义适用于本文件

尖叶胡枝子总黄酮 total flavonoids of *Lespedeza hedysaroides*

以植物材料名称加所得中间体的来源形式命名。

4 制法

4.1 提取

取干燥尖叶胡枝子（地上部分），粉碎至过 40 目筛，用 70 %乙醇、加热温度为 70 ℃、固液比为 1: 20 回流提取三次，总提取时间大于 4 h。合并提取液，加热减压浓缩回收乙醇至无醇。

4.2 纯化

用与提取液等体积的石油醚萃取 3 次除叶绿素，加热减压浓缩提取液至适于上柱，将提取液加于已经处理好的 D101 大孔吸附树脂柱上，先用 2 倍柱体体积量的水洗脱除杂，再用 80 %乙醇洗脱至大孔吸附树脂柱无黄色，收集乙醇洗脱液，按上述条件回收乙醇，浓缩至稠膏，在室温下真空干燥，粉碎即得。

5 性状

本产品为棕黄色至棕褐色粉末，微苦。

6 鉴别

6.1 化学鉴别

盐酸-镁粉反应：取样品与荇草苷对照品各少量，分别用甲醇溶解，加镁粉 25 mg，滴加浓盐酸 1-2 滴，观察颜色变化，样品与对照品均为红色。

6.2 薄层鉴别

取样品 50 mg，加甲醇 25 mL，使溶解，超声处理 10 min，滤液作为供试品溶液。另取尖叶胡枝子粉碎物 5 g，按照 4.1 方法制备提取液，作为待测溶液；取荇草素、牡荆苷各 2 mg，加甲醇溶解，制成每 1 mL 含 0.2 mg 的对照溶液。

吸取上述 4 种溶液各 3 μ L，分别点于同一正相硅胶板上，以氯仿-甲醇-水 (8:1:1) 混合液作为展开剂展开，展距 10 cm，取出，晾干。喷以 5% 硫酸醇溶液显色，斑点清晰。供试品色谱中，在与对照品相应的位置上呈现与对照品相同颜色的斑点，同时供试品色谱在与提取液色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点，提示尖叶胡枝子在处理过程中其主要黄酮成分均保留。

7 检查

7.1 水分检查

水分检查按《中国药典》2005 年版一部附录 IXH “水分测定法” 第一法之烘干法检查。限定其含水量应低于 5.0 %。

7.2 炽灼残渣检查

炽灼残渣检查按《中国药典》2005 年版一部附录 IXJ “炽灼残渣检查法” 检查。限定其炽灼残渣应低于 1.0 %。

7.3 重金属检查

取炽灼残渣，按《中国药典》2005 年版一部附录 IXE “重金属检查法” 第二法检查，重金属限量应低于百万分之五。

7.4 砷盐检查

取炽灼残渣，按《中国药典》2005 年版一部附录 IXF “砷盐检查法” 第一法之古蔡法检查，砷盐限量应低于百万分之一。

8 含量测定

8.1 芦丁标准贮备液的制备

精密称取 120 °C 干燥至恒重的芦丁标准样品 20 mg，用 70 % 乙醇溶解后移至 100 mL 棕色容量瓶中，用 70 % 乙醇定容至刻度，放入冰箱中备用。

8.2 供试品溶液的制备

称取本品约 0.5 g，精确至 0.1 mg，置于 50 mL 容量瓶中，加 50 % 乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。

8.3 测定方法

分别精密吸取芦丁标准溶液和供试品溶液，按照分光光度法（中国药典 2005 年版一部附录 VA），选择 510 nm 为测定波长测定。本品按干燥品计尖叶胡枝子总黄酮应高于 35 %。

