

表 2 地榆升白胶囊中没食子酸的测定结果

Table 2 Determination of gallic acid
in Diyu Shengbai Capsula

批号	没食子酸/($\mu\text{g} \cdot \text{粒}^{-1}$)	批号	没食子酸/($\mu\text{g} \cdot \text{粒}^{-1}$)
050701	53.8	050803	56.4
050702	67.5	050804	56.0
050703	65.4	050901	57.8
050801	65.5	050902	52.0
050802	63.2	050903	59.4

0.1 g, 以 50% 甲醇为提取溶剂, 在此基础上分别对甲醇的用量(15、25、50 mL)和回流时间(30、45、60、

80 min)进行了考察, 结果以 25 mL 50% 甲醇回流提取 60 min 为最佳。

参考文献:

- [1] 陈志明, 丘希辉, 杨钰贤, 等. 地榆升白片预防 NP 方案化疗患者白细胞减少症 [J]. 肿瘤防治研究, 2006, 33(7): 527—528.
- [2] 阴 亮, 亢晓冬. 地榆升白片治疗化疗病人白细胞减少症 110 例疗效观察 [J]. 西部医学, 2006, 18(4): 430—431.
- [3] 苗明三, 李振国. 现代实用中药质量控制技术 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2000.
- [4] 王 征, 卢向阳, 曹 庸, 等. HPLC 法同时测定没食子酸与没食子酸烷基酯的含量 [J]. 科学技术与工程, 2005, 11(5): 729—732.
- [5] 朱俊彦, 熊龙花. HPLC 法测定盐肤木中没食子酸的含量 [J]. 江西中医学院学报, 2006, 18(6): 27.

HPLC 法测定白术不同炮制品中白术内酯 I、II、III

段 启^{1,2}, 许冬谨², 谢 晨²

(1. 广东食品药品职业学院, 广东 广州 510520; 2. 广东康美药业股份有限公司, 广东 普宁 515300)

摘 要:目的 建立测定白术不同炮制品中白术内酯的测定方法。方法 采用外标法。Dikma Kromasil C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 以乙腈(A)-水(B)为流动相梯度洗脱; 体积流量为 1.0 mL/min; 柱温为 25 $^{\circ}\text{C}$; 检测波长为 220 nm(白术内酯 I、II)、276 nm(白术内酯 III); 进样量 10 μL 。结果 白术内酯 I、II、III 分别在 1.14~114、0.776~77.6、3.21~321 $\mu\text{g/mL}$ 与峰面积呈良好的线性关系。白术生片、炒白术、麸炒白术、土炒白术中白术内酯 I、II、III 的总量分别是 1.326 1、1.591 0、1.534 8、1.738 0 mg/g。结论 不同炮制方法、辅料对白术各炮制品中白术内酯 I、II、III 有一定影响。

关键词:白术; 炮制; 白术内酯 I; 白术内酯 II; 白术内酯 III; 高效液相色谱

中图分类号:R286.02 **文献标识码:**A **文章编号:**0253-2670(2008)09-1343-03

白术为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根, 主产于浙江、安徽、湖北、湖南等省。味甘、苦, 性温, 具有健脾益气, 燥湿利水, 止汗, 安胎的功效^[1]。主要含有挥发油和内酯类成分。其中内酯类成分具有抗炎、抗肿瘤作用^[2,3], 还具有调节胃肠道功能和促进营养物质吸引的功能, 尤以白术内酯 I 作用明显。白术的炮制品种文献考证有白术、炒白术、麸炒白术、土炒白术、泔制白术、米白术、盐白术、蒸白术和白术炭等。临床常生用以健脾燥湿、利水消肿为主, 炒白术缓和燥性、增强焦香健脾益气功能, 麸炒白术增强健脾消食作用, 土炒则多用于补脾止泻^[2]。《中国药典》2005 年版一部收载有麸炒白术和土炒白术两种规格的炮制品。为有效控制白术质量, 本实验采用 HPLC 法测定了白术不同炮制品中的白术内酯 I、II、III, 为更好地控制白术饮片质量提供依据。

1 仪器与试剂

美国 Agilent 1100 高效液相色谱仪, 二级阵列检测器, 1100 色谱工作站。

白术内酯 I、II、III 对照品购自中国药品生物制品检定所, 批号分别为 1396-060123、1397-060123、1398-060123; 乙腈和甲醇均为色谱纯, 水为纯化水。白术药材购于浙江缙云, 经江西中医学院鉴定教研室鉴定为菊科植物白术 *A. macrocephala* Koidz. 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 白术炮制品的制备^[3]

2.1.1 白术生品: 取 2 kg 白术生品, 除去杂质, 用水洗净, 润透, 切厚片, 干燥, 筛去碎屑, 粉碎, 过 50 目筛, 称定质量, 如法平行取样 3 份, 得率分别为 89%、90%、88.5%。

2.1.2 土炒白术: 取 200 g 白术生饮片、黄土 25 g,

收稿日期: 2007-11-23

作者简介: 段 启(1969—), 男, 副主任中药师, 硕士, 主要从事中药质量标准研究。

Tel: (020)28854960 E-mail: duanq2005@163.com

先将土置锅内,用中火加热,炒至土呈灵活状态时,投入白术片,炒至白术表面均匀挂上土粉时,取出,筛去土粉,放凉。粉碎,过50目筛,称定质量,如法平行取样3份,得率分别为98%、97.5%、98.5%。

2.1.3 麸炒白术:取200g白术生饮片、麸炒20g,先将锅中火加热,撒入麦麸,待冒烟时,投入白术片,不断翻炒,至白术呈焦黄色,溢出焦香气,取出,筛去麦麸,放凉,粉碎,过50目筛,称定质量,如法平行取样3份,得率分别为92%、91.5%、92.5%。

2.1.4 清炒白术:取200g白术生饮片,先将锅中火加热,投入白术片,不断翻炒,至白术呈黄色,溢出香气,取出,放凉,粉碎,过50目筛,称定质量,如法平行取样3份,得率分别为90%、91%、89.5%。

2.2 色谱条件: Dikma Kromasil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 以乙腈(A)-水(B)为流动相, 梯度洗脱: 0~16 min, 60%~76% A; 16~18 min, 76%~100% A; 18~30 min, 100% A; 体积流量为1.0 mL/min; 柱温为25℃; 检测波长为220 nm(白术内酯Ⅰ、Ⅲ)、276 nm(白术内酯Ⅱ); 进样量10 μL。理论塔板数以白术内酯Ⅰ计算应不低于5000。色谱图见图1。

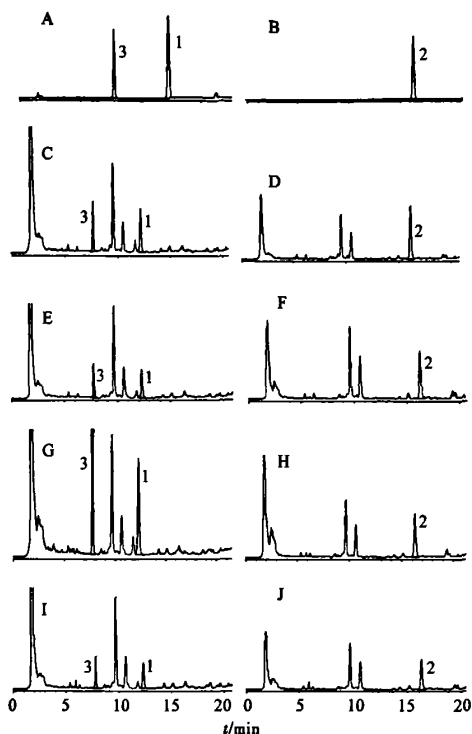
2.3 对照品溶液的制备: 精密称取白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ对照品2.85、1.94、8.03 mg, 置于25 mL量瓶中, 用甲醇溶解并加至刻度, 制成含有白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ分别为0.114、0.078、0.321 mg/mL的混合对照品溶液储备液, 即得。

2.4 供试品溶液的制备: 称取白术生品或者炮制品粉末(过3号筛)约1g, 置于50 mL锥形瓶中, 加入甲醇40 mL, 超声30 min, 滤过, 滤液浓缩, 以甲醇转移并定容至10 mL量瓶中, 摇匀, 即得。

2.5 线性关系考察: 分别精密吸取白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ混合对照品储备液0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mL加甲醇定容至10 mL量瓶中, 摇匀。在上述色谱条件下进行分析, 分别以白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ峰面积(Y)对质量浓度(X)绘制标准曲线。结果表明: 白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ分别在1.14~114、0.776~77.6、3.21~321 μg/mL与峰面积呈良好的线性关系, 回归方程分别为 $Y=4\,350.8X+7.715$ 、 $Y=2\,878.3X+5.228$ 、 $Y=8\,038.7X+14.949$, r 均为0.9999。

2.6 精密度试验: 精密吸取清炒白术供试品溶液, 在上述色谱条件下连续进样6次, 分别测定白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ的峰面积, 结果RSD分别为0.36%、0.27%、0.69%。

2.7 重现性试验: 取清炒白术6份各约1.0g, 精密称定, 制备供试品溶液, 按上述色谱条件测定峰面积, 计算白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ的质量分数, 结果其RSD分别为1.95%、2.36%、2.45%。



1-白术内酯Ⅲ 2-白术内酯Ⅰ 3-白术内酯Ⅱ
1-atractylenolide 2-atractylenolide I
3-atractylenolide II

图1 白术内酯Ⅰ、Ⅲ对照品(A)、白术内酯Ⅲ对照品(B)、白术生片(C、D)、麸炒白术(E、F)、土炒白术(G、H)和清炒白术(I、J)HPLC图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of atractylenolides I and III reference substance (A), atractylenolides III reference substance (B), *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* (C and D), stir-baked *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* in bran (E and F), stir-baked *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* with soil (G and H), stir-baked *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* simply (I and J)

2.8 稳定性试验: 取清炒白术供试品溶液, 分别于0、1、2、4、8、12、24、36、48 h在上述色谱条件下进样分析, 分别计算白术内酯Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ的质量分数, 结果RSD分别为1.51%、0.78%、0.60%, 结果表明供试品溶液在48 h内稳定。

2.9 加样回收率试验: 称取清炒白术药材粉末约0.5g, 精密称定, 分别精密加入0.5、1、1.5 mL混

合对照品溶液,制备供试品溶液,各水平平行操作 3 份,在上述色谱条件下进样分析,计算回收率。结果白术内酯 I、II、III 的平均回收率分别为 97.92%、103.15%、100.78%,RSD 分别为 0.67%、0.68%、4.64%。

2.10 样品测定:取各白术炮制品制备供试品溶液,进行测定,进样量为 10 μ L,以外标法计算白术内酯 I、II、III 的质量分数,结果见表 1。白术饮片经炮制后各成分变化各异:加辅料炮制后白术内酯 I、II 呈增长趋势,白术内酯 III 则减少;炮制后,内酯总量增加明显。尤其是土炒白术最高,但炮制样品中白术的变化规律有待进一步考察。

表 1 白术不同炮制品中白术内酯 I、II、III 的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Determination of atractylenolide I, II, and III in *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* by different processings ($n=3$)

炮制品	白术内酯 I /($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	白术内酯 II /($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	白术内酯 III /($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	内酯总量 /($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)
白术生片	0.475 2	0.385 5	0.465 4	1.326 1
麸炒白术	0.503 4	0.266 4	0.765 0	1.534 8
清炒白术	0.532 9	0.262 1	0.796 0	1.591 0
土炒白术	0.609 9	0.319 2	0.808 9	1.738 0

3 讨论

本实验利用 DAD 检测器能同时采集多个波长数据的便利条件,样品在同一色谱条件下进行一次

分析同时得到 3 个成分的图谱;出峰时间适中,峰形对称,分离度符合要求;所用样品测定提取方法的方法学考察符合要求,简化了白术测定的繁琐步骤,为探索制订完善的白术原药材、炮制饮片的质量标准提供了依据。

经过 Agilent 1100 DAD 三维图谱分析,白术内酯 I、II 在 220 nm 处有最大吸收,白术内酯 III 在 276 nm 处有最大吸收,为了能在一个条件下检测,因此选择同时检测两个波长信号。

本实验曾试过乙腈-水、甲醇-水等不同的流动相系统,发现甲醇-水系统可获得较好峰形和适合的极性范围;为了能同时测定 3 个内酯成分,尝试了不同的流动相比比例,结果以本实验流动相梯度洗脱程序,获得较好的分离,3 个成分的分离度均大于 1.5,拖尾因子在 0.95~1.05。

分别考察了甲醇、乙醇、醋酸乙酯、丙酮等不同提取溶剂,超声、回流等不同提取方式,并进行了提取时间为 30 min、1 h、2 h,提取次数为 1、2 次的考察,结果表明,以甲醇超声 30 min 一次即可提取完全,与长时间的提取结果相差很小,因此确定该提取方法。

参考文献:

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2005.
- [2] Endo K, Toguchi T, Toguchi F, et al. Antiinflammatory principle of *Atractylodes rhizomes* [J]. *Chem Pharm Bull*, 1979, 27:2954.
- [3] 费千锋. 中药炮制学 [M]. 北京:中国中医药出版社, 2004.

HPLC 法测定抗骨增生软胶囊中淫羊藿苷

叶英响¹, 石森林^{2*}, 高 敏²

(1. 义乌市中心医院, 浙江 义乌 322000; 2. 浙江中医药大学药学院, 浙江 杭州 310053)

抗骨增生软胶囊由淫羊藿、鹿衔草、鸡血藤、熟地黄等中药组成,具有补肾、活血、止痛之功效,用于肥大性脊椎炎、颈椎病、跟骨刺、增生性关节炎、大骨节病。为了控制抗骨增生软胶囊内在质量,本实验对方中主要活性成分淫羊藿苷进行了测定,结果方法简便、准确,重现性好,可作为该制剂的测定方法。

1 仪器与试剂

Agilent1100 液相色谱仪,浙江大学 N2000 色谱工作站; Sartorius BP211D 电子天平, JL—

180DTH 超声波清洗器。

抗骨增生软胶囊和缺淫羊藿阴性样品(自制);淫羊藿苷对照品(批号 110737-200111)购自中国药品生物制品检定所。乙腈为色谱纯(Fisher Chemicals),水为重蒸馏水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 检测波长的选择:对淫羊藿苷对照品溶液进行紫外扫描(200~400 nm),结果淫羊藿苷在 270 nm 波长处有最大吸收,因此选择 270 nm 作为检测

收稿日期:2008-01-11

作者简介:叶英响,男,主管中药师。

* 通讯作者 石森林 Tel:(0571)86613524 E-mail: pistone@163.com

HPLC法测定白术不同炮制品中白术内酯 I、II、III

作者: [段启](#), [许冬谨](#), [谢晨](#)
作者单位: [段启\(广东食品药品职业学院, 广东, 广州, 510520; 广东康美药业股份有限公司, 广东, 普宁, 515300\)](#), [许冬谨, 谢晨\(广东康美药业股份有限公司, 广东, 普宁, 515300\)](#)
刊名: [中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39(9)
被引用次数: 5次

参考文献(3条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [Endo K;Toguchi T;Toguchi F](#) [Antiinflammatory principle of Atractylodes rhizomes](#) 1979
3. [龚千锋](#) [中药炮制学](#) 2004

本文读者也读过(10条)

1. [李伟](#). [文红梅](#). [崔小兵](#). [张发成](#) [炮制对白术中白术内酯 II 的含量影响](#)[期刊论文]-[中药材](#)2006, 29(5)
2. [葛建](#). [楼纪东](#). [林芳](#). [黄丽红](#). [姜威](#). [李明揆](#). [卢秀莲](#). [GE Jian](#). [LOU Ji-dong](#). [LIN Fang](#). [HUANG Li-hong](#). [JIANG Wei](#). [LI Ming-kui](#). [LU Xiu-lian](#) [反相高效液相色谱法同时测定参苓白术颗粒中白术内酯 II 和白术内酯 III 的含量](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2009, 20(6)
3. [刘伟祥](#). [黎琼红](#). [谢晨](#). [段启](#) [HPLC法测定白术中的白术内酯 I、II、III](#)[期刊论文]-[中草药](#)2007, 38(8)
4. [陈玉英](#). [张唐颂](#). [钟邱](#). [CHENG Yu-ying](#). [ZHANG Tang-song](#). [ZHONG Qiu](#) [白术不同炮制品的质量比较](#)[期刊论文]-[中医导报](#)2005, 11(7)
5. [易炳学](#). [龚千锋](#). [曹君](#). [蔡瑞利](#). [钟凌云](#). [梁榛婷](#) [白术炮制的初步研究](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#)2006, 17(7)
6. [段启](#). [李彩萍](#). [赵珍东](#). [马麟](#). [DUAN Qi](#). [LI Cai-ping](#). [ZHAO Zhen-dong](#). [MA Lin](#) [高效液相色谱法测定清炒白术中白术内酯 I、II、III](#)[期刊论文]-[中中药学](#)2009, 7(5)
7. [吴佳](#). [王艳平](#). [刘湘丹](#). [匡艳辉](#). [WU Jia](#). [WANG Yanping](#). [LIU Xiangdan](#). [KUANG Yanhui](#) [白术内酯 I 和 III 在不同白术样品中的比较研究](#)[期刊论文]-[中国民族民间医药](#)2009, 18(2)
8. [寿旦](#). [戴诗文](#). [章建民](#). [李洪玉](#). [俞忠明](#). [SHOU Dan](#). [DAI Shiwen](#). [ZHANG Jianmin](#). [LI Hongyu](#). [YU Zhongming](#) [微管液相色谱法同时测定白术中的白术内酯 III、白术内酯 I 和苍术酮](#)[期刊论文]-[色谱](#)2008, 26(5)
9. [宋丽艳](#). [谷建梅](#) [不同炮制方法对白术抗衰老作用影响的实验研究](#)[期刊论文]-[中国现代医药杂志](#)2007, 9(11)
10. [李伟](#). [文红梅](#). [崔小兵](#). [张发成](#). [董洁](#). [LI Wei](#). [WEN Hong-mei](#). [CUI Xiao-bing](#). [ZHANG Fa-cheng](#). [DONG Jie](#) [白术的化学成分研究](#)[期刊论文]-[中草药](#)2007, 38(10)

引证文献(6条)

1. [宋诚挚](#). [刘佳益](#). [王明仁](#). [周鸿艳](#) [基于有效成分的枳实汤提取工艺研究](#)[期刊论文]-[黑龙江医药](#) 2012(1)
2. [王文明](#). [夏黎](#). [段启](#). [李亚萍](#) [清炒白术高效液相色谱指纹图谱研究](#)[期刊论文]-[现代医药卫生](#) 2013(17)
3. [周爱珍](#). [程斌](#). [王和平](#) [炮制对白术的化学成分及药理作用的影响](#)[期刊论文]-[中医导报](#) 2010(2)
4. [周红梅](#) [浙江不同产地白术生药中白术内酯 II 和 III 含量比较](#)[期刊论文]-[海峡药学](#) 2010(12)
5. [周红梅](#) [浙江不同产地白术生药中白术内酯 II 和 III 含量比较](#)[期刊论文]-[海峡药学](#) 2010(12)
6. [杨洁](#). [方成武](#) [中药白术的质量研究现状与展望](#)[期刊论文]-[中国当代医药](#) 2010(1)