

液、金银花对照药材溶液、供试品溶液各10 μ L,按上述色谱条件测定,以外标法计算样品中绿原酸的量。

HPLC 色谱图见图1。金银花对照药材、金银忍冬及黄花忍冬花与花蕾中绿原酸定量测定结果见表1。

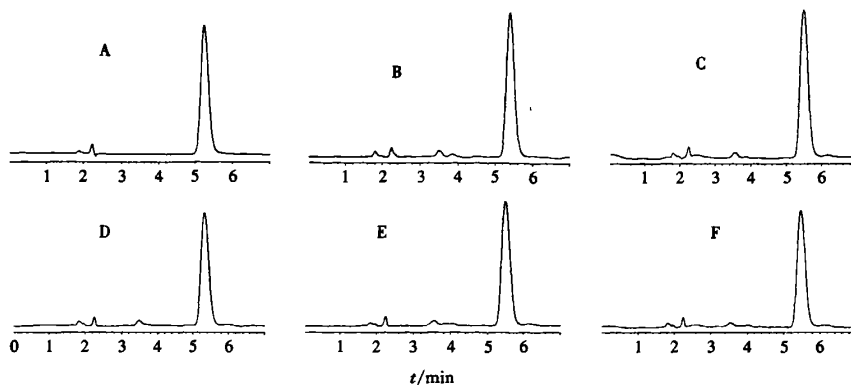


图1 绿原酸对照品(A)、金银花对照药材(B)、金银忍冬花(C)、金银忍冬花蕾(D)、黄花忍冬花(E)和黄花忍冬花蕾(F)HPLC 图
Fig. 1 HPLC Chromatogram of chlorogenic acid reference substance (A), flower bud of *L. japonica* (B), flower of *L. maakii* (C), flower bud of *L. maakii* (D), flower of *L. chrysantha* (E), and flower bud of *L. chrysantha* (F)

表1 各样品中绿原酸HPLC 测定结果

Table 1 Determination of chlorogenic acid in samples by HPLC

样 品	绿原酸/%
金银花对照药材	2.65
金银忍冬花	2.20
金银忍冬花蕾	1.92
黄花忍冬花	2.16
黄花忍冬花蕾	1.91

3 讨论

HPLC 定量测定结果表明,金银忍冬、黄花忍冬花及花蕾中绿原酸的量均高于1.5%,符合《中国药典》金银花药材的质量标准。并且二者花的量高于花蕾。

通过上述研究结果表明,金银忍冬、黄花忍冬花及花蕾均含有绿原酸,量与金银花对照药材接近,高于《中国药典》金银花的标准,具有较高的开发利用价值,可以作为绿原酸的植物资源进行开发利用。

《中国药典》虽然规定金银花来源只有一种植物,但是在实际应用中却有很多种同属植物入药。但是这些植物均为出产于华北、华中地区,主产于东北的金银忍冬和黄花忍冬还没有入药的记载,本研究为开发利用这两种丰富的植物资源提供了参考。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 吉林省中医中药研究所.长白山植物药志[M].长春:吉林人民出版社,1982.
- [3] 徐艳红,董艳丽.金银花与金银忍冬的鉴别[J].时珍国医国药,2004,15(9):596.

HPLC 法测定不同产地板蓝根中表告依春

安益强^{1,2}, 贾晓斌^{1,2*}, 陈 彦¹, 孙 斌¹, 金晓勇¹

(1. 江苏省中医药研究院 中药新型给药系统应用技术重点实验室, 江苏 南京 210028;

2. 江苏大学药学院, 江苏 镇江 212013)

摘 要:目的 建立板蓝根中抗病毒有效成分表告依春的HPLC 测定方法,测定不同产地板蓝根中表告依春。方法 采用反相高效液相色谱法,色谱柱为ZORBAX SB-C₁₈(150 mm×4.6 mm,5 μ m);流动相为乙腈-(4.0 mL 磷酸+0.3 mL 三乙胺+500 mL 水)8.5:91.5;体积流量为0.7 mL/min;检测波长为245 nm,柱温为30 $^{\circ}$ C。结果 测得6批板蓝根中表告依春的量为0.66~4.2 mg/g,其中以河北安国产板蓝根药材中含表告依春的量最高,安徽阜阳和黑龙江大庆产的次之,其他几个产地的量相对较低;表告依春在0.020 4~0.306 0 μ g 与峰面积线性关系良好($r=$

收稿日期:2008-04-04

基金项目:江苏省中医领军人才资助项目(2006);苏州市科技计划(SSY0606)

作者简介:安益强(1982—),男,河南省开封人,江苏大学2006级硕士研究生,研究方向为中药活性成分筛选及其适宜新剂型设计。

Tel:(025)85637809 E-mail:anyhe2006@yahoo.com.cn

* 通讯作者 贾晓斌 Tel:(025)85637809 E-mail:jxiaobin2005@hotmail.com

0.999 8),平均加样回收率为98.99%,RSD为1.31%。结论 该方法准确、可靠,可用于板蓝根药材的测定;不同产地板蓝根中表告依春的量差异较大。

关键词:板蓝根;表告依春;高效液相色谱法

中图分类号:R282.6

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)11-1739-03

板蓝根为传统中药,历代本草均有记载,始载于《神农本草经》,《中国药典》2005年版一部收载为十字花科植物菘蓝 *Isatis indigotica* Fort. 的干燥根^[1],主产于安徽、河北、甘肃、河南等省,具有清热解毒、凉血利咽之功效,广泛用于治疗多种疾病,如流感、腮腺炎、温病发热、发斑、风热感冒、咽喉肿痛、流行性乙型脑炎、肝炎等疾病^[2]。表告依春为板蓝根抗病毒的代表性有效成分之一^[3],是反映板蓝根药材质量的一个重要指标;虽有文献报道过板蓝根提取物中表告依春在大鼠体内的药动学研究^[4],但至今尚未有测定板蓝根药材中表告依春的方法报道。本研究采用HPLC法对板蓝根中的表告依春的量进行测定,同时采用建立的方法测定不同产地板蓝根中表告依春的量,以期选出优质药材提供依据。

1 仪器与试药

Agilent 1100型高效液相色谱仪(包括四元泵、自动进样器、DAD二极管阵列检测器);KQ5200型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);BP-211D分析电子天平(德国Sartorius公司,十万分之一)。乙腈、磷酸、三乙胺(TEDIA公司,色谱纯),甲醇、乙醇(南京化学试剂有限公司,分析纯),水为超纯水;表告依春对照品(中国药品生物制品检定所,批号:111753-200601);河北安国、黑龙江大庆、甘肃岷县产板蓝根药材均购于河北安国市百合中药饮片有限公司(批号分别为071230、071225、080101);安徽阜阳产板蓝根为广州白云山和记黄埔中药有限公司惠赠(批号071224);河南禹州和安徽亳州产板蓝根为当地采收(2007年新货),以上药材均由南京中医药大学药理学教研室吴德康教授鉴定为十字花科植物菘蓝 *Isatis indigotica* Fort. 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:ZORBAX SB-C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-(4.0 mL 磷酸+0.3 mL 三乙胺+500 mL 水)8.5:91.5;体积流量为0.7 mL/min,检测波长为245 nm,柱温为30℃,进样量为20 μL。高效液相色谱图见图1。

2.2 对照品溶液的制备:称取表告依春对照品约1.0 mg,精密称定,置于10 mL量瓶中,加流动相至刻度,摇匀,制成质量浓度为0.102 mg/mL的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取板蓝根药材粉末(过40

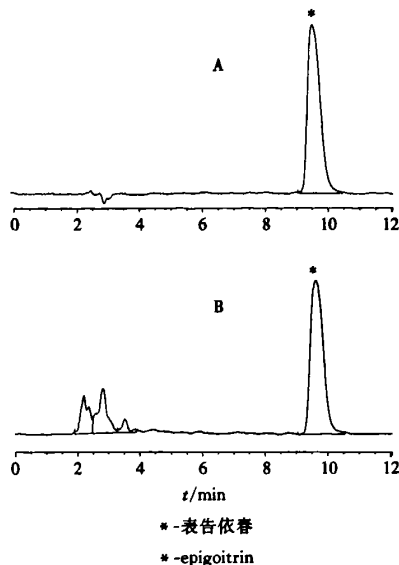


图1 表告依春对照品(A)和板蓝根药材(B)的HPLC图
Fig. 1 HPLC Chromatograms of epigallocatechin gallate reference substance (A) and Radix Isatis (B)

目筛)约0.20 g,精密称定,置50 mL具塞锥形瓶中,加水20 mL,称质量,超声提取(功率250 W,频率20 kHz)60 min,取出,放冷,再称质量,用水补足损失质量,滤过,弃去初滤液,取续滤液2 mL,水浴蒸干,残渣加流动相适量溶解,并定容于10 mL量瓶中,摇匀,0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液即得供试品溶液。

2.4 线性关系考察:精密量取质量浓度为0.102 mg/mL的对照品溶液0.1、0.3、0.5、0.8、1.0、1.3、1.5 mL,分别置于10 mL量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,得到质量浓度分别为1.02、3.06、5.10、8.16、10.2、13.3、15.3 μg/mL的对照品溶液,分别精密吸取上述对照品溶液20 μL,按“2.1”项下色谱条件进行测定,以峰面积(Y)和对照品质量(X)进行线性回归,回归方程为 $Y = 171.12 X + 42.405$, $r = 0.999 8$,表告依春在0.020 4~0.306 0 μg与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取质量浓度为8.16 μg/mL的对照品溶液20 μL,连续进样6次,测定,峰面积的RSD为0.57%,表明精密度良好。

2.6 重现性试验:称取同一产地板蓝根药材粉末(过40目筛)约0.2 g,平行6份,精密称定,制备供试

品溶液,精密吸取20 μL 测定并计算表告依春的量,RSD为1.42%,表明本法重现性较好。

2.7 稳定性试验:精密量取同一供试品溶液20 μL ,分别在0、2、4、8、16、24 h 进样,测定,峰面积的RSD为1.01%。表明供试品在24 h 内稳定。

2.8 回收率试验:取已测定的板蓝根药材粉末约0.1 g(含表告依春约424 μg),精密称定9份,分别加入0.350 9、0.438 6、0.526 3 mg 表告依春对照品,制备供试品溶液,测定,计算得平均回收率为98.99%,RSD为1.31%。

2.9 样品测定:称取不同产地的板蓝根药材约0.2 g,精密称定,制成供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件进行测定,并计算各样品中表告依春的量,结果见表1。

表1 不同产地板蓝根中的表告依春($n=3$)
Table 1 Epigoitrin in *Radix Isatidis* from different habitats ($n=3$)

药材产地	表告依春 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	药材产地	表告依春 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%
安徽亳州	0.98	1.97	河北安国	4.2	1.42
河南禹州	0.66	0.54	甘肃岷县	0.68	2.04
安徽阜阳	2.4	2.49	黑龙江大庆	1.92	2.16

3 讨论

3.1 板蓝根的产地比较广,文献记载主要分布河北、安徽、江苏、河南等省,其他各省也有少量分布。对于板蓝根的道地产区,仅有文献记载河北为道地产区,而具体地域并不明确^[5]。但近年来,由于受市场经济的影响,板蓝根的产区发生了很大变化,甘肃、黑龙江为新型的板蓝根产区,产量较大,而传统的大产区,如江苏近年来已基本不种植,河南的种植面积也大大减少,故对新产区 and 传统产区所产板蓝根的质量差异研究显得尤为重要。本实验结果表明,几大主要产地的板蓝根药材中表告依春的量差异较大,其中以河北安国产的板蓝根量最高,安徽阜阳和黑龙江大庆的次之,其他几个产地的量相对较低。

3.2 比较了甲醇-水、甲醇-含酸水、乙腈-含酸水流动相系统的洗脱情况,结果表明乙腈-含酸水流动相系统明显优于甲醇-水和甲醇-含酸水系统;因甲醇-水系统使表告依春和其他成分较难分开,甲醇-含酸水系统也不能实现较好的分离,故选择乙腈-含酸水流动相系统。供试品如果直接以甲醇溶解样品进样,则使表告依春对应的峰产生肩峰,可能是在此条件下,表告依春存在分子型和离子型两种状态引起,故最后选择酸性流动相稀释样品,以使表告依春以离子状态存在;不同的酸性条件下分离有显著差异,通过比较不同的加酸量,最后确定500 mL 水中加入4 mL 磷酸条件较好;三乙胺为峰形改良剂,同时也起到了调节酸碱度的作用。

3.3 在样品提取过程中,比较了6种不同提取溶媒(甲醇、无水乙醇、70%乙醇、50%乙醇、30%乙醇、水),结果表明水提取效率远远高于其他5种溶媒;以水为提取溶媒,比较了3种不同的提取方法,冷浸法、热回流提取法、超声提取法,结果后者提取率明显高于前两种提取方法;采用超声提取法,分别考察了加入10、20、30、40、50 mL 水的提取效率,结果表明20、30、40、50 mL 提取率无明显差别,故选择20 mL 水进行提取;采用超声提取法,加入20 mL 水,又分别考察了提取20、30、40、50、60、70 min 的提取效率,结果表明提取60、70 min 提取率无明显差别,故提取时间选择60 min。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草(上册)[M].上海:上海科学技术出版社,1998.
- [3] 徐丽华,黄芳,陈婷,等.板蓝根中的抗病毒活性成分[J].中国天然药物,2005,3(6):359-360.
- [4] 黄芳,熊雅婷,徐丽华,等.板蓝根不同提取物中抗病毒成分表告依春在大鼠体内的药代动力学[J].中国药科大学学报,2006,37(6):519-522.
- [5] 胡世林.中国道地药材[M].哈尔滨:黑龙江科技出版社,1989.

紫外分光光度法测定前胡药材中总香豆素

宣志红

(浙江省诸暨市中医院,浙江诸暨 311800)

前胡为常用中药材,《中国药典》2005年版一部前胡为伞形科植物白花前胡 *Peucedanum praerup-*

torum Dumn. 的干燥根及根茎,有散风清热、降气化痰的功效,用于风热咳嗽痰多,痰热喘满,咯痰黄

收稿日期:2008-03-15

作者简介:宣志红(1970—),男,浙江诸暨人,主管中药师,研究方向为天然药物的研究。Tel:13819596883 E-mail:xuanhanfei@163.com

作者: [安益强](#), [贾晓斌](#), [陈彦](#), [孙娥](#), [金晓勇](#)
作者单位: [安益强\(江苏省中医药研究院, 中药新型给药系统应用技术重点实验室, 江苏, 南京, 210028; 江苏大学药学院, 江苏, 镇江, 212013\)](#), [贾晓斌, 陈彦, 孙娥, 金晓勇\(江苏省中医药研究院, 中药新型给药系统应用技术重点实验室, 江苏, 南京, 210028\)](#)
刊名: [中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39(11)
被引用次数: 4次

参考文献(5条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [国家中医药管理局<中华本草>编委会](#) [中华本草](#) 1998
3. [徐丽华; 黄芳; 陈婷](#) [板蓝根中的抗病毒活性成分](#) [期刊论文]-[中国天然药物](#) 2005(06)
4. [黄芳; 熊雅婷; 徐丽华](#) [板蓝根不同提取物中抗病毒成分表告依春在大鼠体内的药代动力学](#) [期刊论文]-[中国药科大学学报](#) 2006(06)
5. [胡世林](#) [中国道地药材](#) 1989

本文读者也读过(9条)

1. [安益强](#), [贾晓斌](#), [袁海建](#), [孙娥](#), [许珍珍](#), [AN Yi-qiang](#), [JIA Xiao-bin](#), [YUAN Hai-jian](#), [SUN E](#), [XU Zhen-zhen](#) [HPLC测定板蓝根药材及其制剂中表告依春的含量](#) [期刊论文]-[中国中药杂志](#) 2008, 33(18)
2. [张丹雁](#), [陈晓庆](#), [杜沛欣](#), [林秀旋](#), [ZHANG Danyan](#), [CHEN Xiaoqing](#), [DU Peixin](#), [LIN Xiuni](#) [不同肥料种类对南板蓝根产量及靛玉红含量的影响](#) [期刊论文]-[中药新药与临床药理](#) 2010, 21(5)
3. [聂黎行](#), [王钢力](#), [戴忠](#), [林瑞超](#), [NIE Lixing](#), [WANG Gangli](#), [DAI Zhong](#), [LIN Ruichao](#) [手性高效液相色谱法测定板蓝根中表告依春和告依春含量](#) [期刊论文]-[色谱](#) 2010, 28(10)
4. [于海生](#), [周大勇](#), [戴荣继](#), [邓玉林](#), [梁鑫淼](#) [HPLC-DAD法进行表告依春粉针剂中表告依春的定量研究](#) [会议论文]-2008
5. [李霞](#), [陈安家](#), [李春](#), [LI Xia](#), [CHEN An-jia](#), [LI Chun](#) [板蓝根水溶性化学成分的研究](#) [期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2010, 16(5)
6. [左丽](#), [李建北](#), [徐景](#), [杨敬芝](#), [张东明](#), [佟永领](#), [ZUO Li](#), [LI Jian-bei](#), [XU Jing](#), [YANG Jing-zhi](#), [ZHANG Dong-ming](#), [TONG Yong-ling](#) [板蓝根的化学成分研究](#) [期刊论文]-[中国中药杂志](#) 2007, 32(8)
7. [罗霄山](#), [熊清平](#), [石莹莹](#), [张丹雁](#) [南板蓝根重金属的限量标准研究](#) [期刊论文]-[中药新药与临床药理](#) 2010, 21(2)
8. [谢宗明](#), [周灵芝](#), [李卫红](#), [孔晓华](#), [周泽平](#), [XIE Zong-ming](#), [ZHOU Lin-zhi](#), [LI Wei-hong](#), [KONG Xiao-hua](#), [ZHOU Ze-ping](#) [HPLC法测定板蓝根药材及其颗粒剂中的腺苷](#) [期刊论文]-[中医药导报](#) 2009, 15(9)
9. [马莉](#), [金城](#), [李祖伦](#), [肖小河](#), [MA Li](#), [JIN Cheng](#), [LI Zu-lun](#), [XIAO Xiao-he](#) [生物检定与板蓝根质量控制](#) [期刊论文]-[中国实验方剂学杂志](#) 2010, 16(2)

引证文献(4条)

1. [古丽斯坦·阿吾提](#), [玛依热·买买提](#) [正交试验优选板蓝根总生物碱中表告依春的提取工艺](#) [期刊论文]-[新疆医学](#) 2013(10)
2. [索银科](#), [王永平](#), [刘宝辉](#) [HPLC法测定复方氨酚葡锌片中\(R,S\)-告依春的含量](#) [期刊论文]-[中国药事](#) 2011(5)
3. [王瑞](#), [杨海英](#), [杨琪伟](#), [黄山君](#), [王峥涛](#) [板蓝根的质量标准研究](#) [期刊论文]-[中草药](#) 2010(3)
4. [古丽斯坦·阿吾提](#), [何承辉](#), [马建红](#) [多指标正交试验优选板蓝根有效成分的提取工艺](#) [期刊论文]-[新疆中医药](#)

2010(6)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200811046.aspx