

独一味不同提取物中总环烯醚萜苷、 总黄酮和总苯乙醇苷的测定

邱建国, 张泉龙, 李茂星, 尉丽力, 贾正平*, 张汝学, 周珺, 邱宜农, 王春英
(兰州军区兰州总医院药材科, 全军高原环境损伤防治重点实验室, 兰州 730050)

[摘要] 目的: 考察独一味不同提取物中总环烯醚萜苷、总黄酮和总苯乙醇苷的含量。方法: 独一味水提物经聚酰胺和大孔树脂通过串联及并联方法, 分别富集得到水洗脱物、70% 乙醇溶液洗脱物 I (70% 乙醇溶液洗脱聚酰胺柱)、70% 乙醇溶液洗脱物 II (70% 乙醇溶液洗脱大孔树脂柱), 采用一阶导数紫外分光光度法测定总环烯醚萜苷的含量; 双波长紫外分光光度法、硝酸铝-亚硝酸钠显色分光光度法测定总黄酮和总苯乙醇苷的含量。结果: 建立的一阶导数紫外分光光度法测定总环烯醚萜苷的含量, 在 252 nm 波长处加样回收率为 104.40%, RSD 分别为 0.64%; 建立的紫外分光光度法可以测定总黄酮和总苯乙醇苷的含量, 总黄酮在 268, 363 nm 波长处平均加样回收率分别为 96.23%, 104.48%, RSD 分别为 7.27%, 3.61%; 总苯乙醇苷在 332 nm 波长处加样回收率为 100.26%, RSD 2.92%。结论: 一阶导数紫外分光光度法测定总环烯醚萜苷的含量可行; 紫外分光光度法可以测定总黄酮和总苯乙醇苷的含量。

[关键词] 独一味; 总环烯醚萜苷; 总黄酮; 总苯乙醇苷

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)23-0119-06

[doi] 10.11653/syjf2013230119

Mass Fraction Determination of Iridoid Glycosides, Flavonoids and Phenylethanol Glycosides from Different Extractive of Extract of *Lamiophlomis rotata*

QIU Jian-guo, ZHANG Quan-long, LI Mao-xing, WEI Li-li, JIA Zheng-ping*,
ZHANG Ru-xue, ZHOU Jun, QIU Yi-nong, WANG Chun-ying

(Department of Pharmacy, Lanzhou General Hospital of PLA; Key Laboratory of the Prevention and Cure for the Plateau Environment Damage, PLA, Lanzhou 730050, China)

[Abstract] **Objective:** To investigate determination of total iridoid glycoside, total flavonoids and total phenethanol glycosides from different extractive of extract of *Lamiophlomis rotata*. **Method:** Water extract of *L. rotata* were separated and enriched obtain water eluate and 70% ethanol solution eluate I (70% ethanol solution eluted polyamide column), 70% ethanol solution eluate II (70% ethanol solution eluting macroporous resin column) by polyamide and macroporous resin. Total iridoid glycosides ingredients were assayed by the first derivative spectrophotometry; the total flavonoids and total benzene glycosides were assayed by dual wavelength UV spectrophotometry, aluminum nitrate-sodium nitrite UV spectrophotometry. **Result:** Recoveries of the total iridoid glycosides was 104.40%, RSD was 0.64% at 252 nm wavelength by the first derivative UV spectrophotometry. Recoveries of the total flavonoids were 96.23% and 104.48%, RSDs were 7.27% and 3.61% at the 268 nm and 363 nm wavelengths by UV spectrophotometry. Recoveries of the total benzene glycosides was 100.26%, RSD was

[收稿日期] 20130203(008)

[基金项目] 甘肃省科技重大专项(1102FKDA012); 全军中医药研发推广项目(2006032001)

[第一作者] 邱建国, 副主任药师, 从事高原植物药和新药的研究, Tel:0931-8994676, 13609354193, E-mail: qjianguo@163.com

[通讯作者] * 贾正平, 主任药师, 教授, 博士生导师, 从事医院药学专业的研究, Tel:0931-8994652, E-mail: jiazp166@sina.com

2.92% at 332 nm wavelength. **Conclusion:** The first derivative ultraviolet spectrophotometry can determine the total iridoid glycosides. The ultraviolet spectrophotometry can determine the total flavonoids and total benzene glycosides.

[**Key words**] *Lamiophlomis rotata*; total iridoid glycosides; total flavonoids; total phenylethanol glycosides

独一味是藏、蒙、纳西等民族的民间草药,为唇形科植物的根及全草^[1]。近年来,有关独一味的研究较多,主要集中在独一味单体成分的研究,如黄酮类化合物木犀草素、芹菜素和槲皮素等,环烯醚萜苷化合物山梔苷甲酯、番木鳖苷、8-*O*-乙酰山梔苷甲酯等,苯乙醇苷类化合物麦角甾苷、连翘酯苷 B、偏诺皂苷元、 β -谷甾醇等^[2-3],但是对某类成分的含量测定方法的报道很少。《中国药典》2010 年版一部中独一味药材、制剂采用 HPLC 法测定山梔苷甲酯和 8-*O*-乙酰山梔苷甲酯,制剂还采用碱性硝酸铝-亚硝酸钠显色分光光度法测定总黄酮。本课题组对独一味成分、药效、毒理及其制剂进行了系统的研究,采用聚酰胺柱和大孔吸附树脂柱串联、并联的方法,分离、纯化、富集独一味中总环烯醚萜苷、总黄酮、总苯乙醇苷及大极性成分,并达到了工业化生产水平^[4-5],相关工艺流程获得国家发明专利(ZL200410011679.0)^[6]。我们对不同提取物中总环烯醚萜苷、总黄酮和苯乙醇苷类成分测定进行研究,改进了“以芦丁为对照品,硝酸铝-亚硝酸钠显色分光光度法测定总黄酮”的测定方法;此外,我们还建立了以连翘酯苷 B 为对照品 UV 法测定总苯乙醇苷的方法。

1 材料

HP 8453 型二级管阵列紫外-可见分光光度计(美国惠普公司),BP210 S 型电子天平(Sartorius AG,德国),SK7200 H 型超声波清洗器(上海科导仪器有限公司),CCPP 型层析设备(江阴市金确层析设备有限公司),LM-125 型超滤设备(北京中旭科源过滤技术有限公司),JYT-50 LN 型多功能动态热回流提取浓缩机组(上海矩源设备有限公司),柱色谱用聚酰胺(14~30 目,上海化学试剂站分装厂,批号 20110711),XDA-1 型大孔树脂(西安蓝晓科技有限公司,批号 20110901)等。

8-*O*-乙酰山梔苷甲酯对照品(兰州军区兰州总医院药材科制备,批号 201109)、芦丁对照品(中国食品药品检定研究院,批号 100080-200707)、连翘酯苷 B(中国食品药品检定所,批号 111811-201001),无水甲醇,乙醇均为分析纯,水为纯化水,

乙腈为色谱纯;独一味水提物(购自甘肃省玛曲县黄河首曲药源开发有限公司,批号 20101001),独一味药材(购自甘肃省玛曲县黄河首曲药源开发有限公司,批号 20111001,经兰州军区兰州总医院副主任医师李茂星博士鉴定为独一味 *Lamiophlomis rotata* (Benth.) Kudo 药材。

2 方法与结果

2.1 独一味水提取物的制备 称取独一味药材 200 g,加药材量 22,18,18 倍水,提取 3 次,每次 1.5 h,水提取物 2~4 °C 冷藏除尘,60 °C 减压干燥得水提取物(含量测定备用),测定出膏率为 25%。

2.2 独一味不同提取物的制备^[3] 称取独一味水提物 20 kg(购自甘肃省玛曲县黄河首曲药源开发有限公司,批号 20101001),溶于 200 L 水中,溶解、混匀。将 40 kg 聚酰胺和 100 kg XDA-1 大孔吸附树脂湿法装柱,并串联。上述配制的溶液进行上样,上样方式采用聚酰胺柱“上进下出”,流出液采用“下进上出”方式进入 XDA-1 大孔吸附树脂柱。先用水洗脱,用水冲洗至无色,收集水洗脱液,60 °C 减压浓缩干燥得水洗脱物。再将聚酰胺柱和大孔吸附树脂柱并联,分别用 70% 乙醇溶液洗脱聚酰胺柱和大孔吸附树脂柱,分别收集洗脱液,回收乙醇,60 °C 减压干燥,得 70% 乙醇洗脱物 I(70% 乙醇溶液洗脱聚酰胺柱)、70% 乙醇洗脱物 II(70% 乙醇溶液洗脱大孔树脂柱)。取 70% 乙醇溶液洗脱物 II 1 kg,溶于 10 L 水中,用 LM-125 型中空纤维超滤设备超滤,收集超滤液,减压 60 °C 减压干燥得超滤物。

2.3 一阶导数紫外分光光度法测定总环烯醚萜苷^[7]

2.3.1 对照品溶液的制备 称取 8-*O*-乙酰山梔苷甲酯对照品 0.02 g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,纯化水定容,得对照品溶液(200.0 mg·L⁻¹)。

2.3.2 标准曲线的制备 精密吸取对照品溶液 0.5,1.0,1.5,2.0,2.5,3.0,3.5 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加蒸馏水定容,用一阶导数紫外-可见分光光度法在 252 nm 测定吸光度,以吸光度为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线,计算回归方程,结果见表 1。

2.3.3 供试品溶液的制备 分别称取水洗脱物、70%乙醇洗脱物 I、70%乙醇洗脱物 II、超滤物及独一味水提物 0.010 g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,纯化水定容,摇匀,滤过,备用。依法测定吸光度,计算总环烯醚萜苷含量,结果见表 2。

2.3.4 精密度试验 取 70%乙醇溶液洗脱物 II 同一供试品溶液,用一阶导数紫外-可见分光光度法在 252 nm 波长处分别连续测定总环烯醚萜苷吸光度 6 次,测定结果见表 1。

2.3.5 重复性试验 取同一批 70%乙醇溶液洗脱

物 II 6 份,制备供试品溶液,用一阶导数紫外-可见分光光度法在 252 nm 波长处分别测定总环烯醚萜苷吸光度,结果见表 1。

2.3.6 稳定性试验 取同一批 70%乙醇溶液洗脱物 II,制备供试品溶液,放置室温,在同 1 d 内每隔 2 h 用一阶导数紫外-可见分光光度法在 252 nm 波长处测定总环烯醚萜苷吸光度,连续考察 8 h,结果见表 1。

2.3.7 加样回收率试验 取同一批 70%乙醇溶液洗脱物 II 6 份,精密加入一定量的已知浓度的 8-O-乙酰山梔苷甲酯对照品,依法测定,结果见表 3。

表 1 UV 法测定独一味不同提取物中 3 种化学成分方法学

化学成分	波长 /nm	回归方程	R ²	线性范围 /mg·L ⁻¹	回收率/% RSD/%	精密度 RSD/%	重复性 RSD/%	8 h 稳定性 RSD/%
8-O-乙酰山梔苷甲酯	252	A = -0.001C + 0.0002	0.999 5	7.8 ~ 75.6	104.40/0.64	0.04	0.06	0.12
芦丁	500	A = 12.372C - 0.024	0.998 2	8 ~ 48	/	/	/	2 h 后颜色变浅
芦丁	268	A = 0.034 4C - 0.011 3	0.999 0	2.4 ~ 24	96.23/7.27	0.007 6	1.83	0.75
芦丁	363	A = 0.032 8C - 0.032 9	0.993 4	2.4 ~ 24	104.48/2.21	0.005 4	1.52	0.82
连翘酯苷 B	332	A = 0.049 2C - 0.013 4	0.999 7	1.2 ~ 12	100.26/2.92	0.001 8	2.10	0.69

表 2 独一味不同提取物中总环烯醚萜苷、总黄酮、总苯乙醇苷含量测定

供试品名称	总环烯醚萜苷 含量/g·g ⁻¹ , % 一阶导数 UV 法	总黄酮含量 /g·g ⁻¹ , %, 比色法 λ = 500 nm	总黄酮含量/g·g ⁻¹ , % UV 法		干扰峰含量 /g·g ⁻¹ , %, 双波长法、测定 λ = 268 nm	干扰峰含量 /g·g ⁻¹ , %, 双波长法、测定 λ = 363 nm	总苯乙醇苷 含量 UV 法 /g·g ⁻¹ , %
			λ = 268 nm	λ = 363 nm			
独一味药材	5.09	5.92	2.74	1.73	1.29	0.04	2.21
独一味水提物	20.36	23.67	10.95	6.90	5.14	0.17	8.82
水洗脱物	/	3.02	4.72	1.62	3.43	0.41	1.68
70%乙醇溶液洗脱物 I	/	150.78	49.84	50.29	0.65	0.03	56.56
70%乙醇溶液洗脱物 II	54.83	24.86	17.41	5.77	12.87	0.39	10.15
超滤物	76.25	22.30	13.89	4.23	10.57	0.47	8.84

表 3 8-O-乙酰山梔苷甲酯加样回收率试验

No.	样品称样量/g	样品含量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	0.051	1.244	2.380	101.34	100.59	1.61
2	0.051	1.237	2.354	99.70		
3	0.048	1.161	2.275	99.39		
4	0.050	1.220	2.337	99.76		
5	0.053	1.298	2.458	103.59		
6	0.048	1.159	2.276	99.74		

注:对照品加入量均为 1.120 mg。

2.4 碱性硝酸铝-亚硝酸钠比色法测定总黄酮^[1]

2.4.1 对照品溶液的制备 取芦丁对照品 0.02 g,精密称定,置 100 mL 量瓶中,加 70%乙醇 70 mL,置水浴上微热使溶解,放冷,加 70%乙醇至刻度,摇

匀,得对照品溶液(200 mg·L⁻¹)。

2.4.2 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 1, 2, 3, 4, 5, 6 mL,分别置 25 mL 量瓶中,加水至 6 mL,加 5%亚硝酸钠溶液 1 mL,混匀,放置 6 min,加

10% 硝酸铝溶液 1 mL, 摇匀, 放置 6 min, 加氢氧化钠溶液 10 mL, 再加水至刻度, 摇匀, 放置 15 min; 以相应的溶剂为空白。用紫外-可见分光光度法, 在 500 nm 波长处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算回归方程, 结果见表 1。

2.4.3 供试品溶液的制备 分别称取水洗脱物、70% 乙醇溶液洗脱物 II、超滤物及独一味水提物 0.1 g, 70% 乙醇溶液洗脱物 I 0.02 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇 70 mL, 置水浴上微热并时时振摇 30 min, 放冷, 加 70% 乙醇至刻度, 摇匀, 取适量, 离心 ($4\ 000\ r \cdot \min^{-1}$) 10 min, 精密量取上清液 1 mL, 置 25 mL 量瓶中, 照标准曲线的制备项下方法, 自“加水至 6 mL”起, 依法测定吸光度, 计算总黄酮含量, 结果见表 2。

2.5 UV 法测定总黄酮

2.5.1 对照品溶液的制备 取芦丁对照品 0.02 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇 70 mL, 置水浴上微热使溶解, 放冷, 加 70% 乙醇至刻度, 摇匀, 得对照品溶液 ($200\ mg \cdot L^{-1}$)。

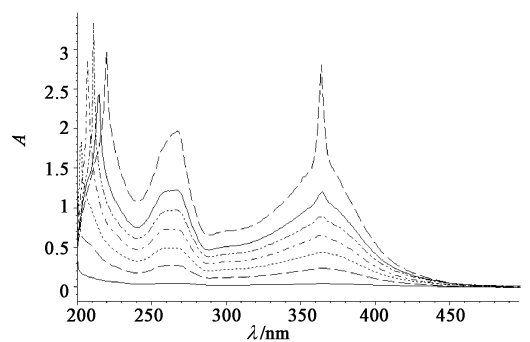
2.5.2 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 120, 300, 500, 800, 1 000, 1 200 μL , 分别置 10 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇至刻度, 以相应的溶剂为空白, 用紫外-可见分光光度法, 全波长扫描后, 在 268, 363 nm 波长处吸光度最高, 所以以此波长测定吸光度, 并分别以吸光度为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算回归方程, 结果见表 1。

2.5.3 供试品溶液的制备 分别称取水洗脱物、70% 乙醇溶液洗脱物 II、超滤物及独一味水提物 0.01 g, 70% 乙醇溶液洗脱物 I 0.002 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇 70 mL, 置水浴上微热并时时振摇 30 min, 放冷, 加 70% 乙醇至刻度, 摇匀, 滤过, 备用, 依法测定吸光度, 计算总黄酮含量, 结果见表 2, 图 1。

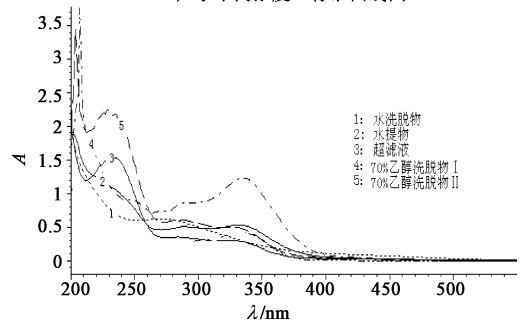
2.5.4 精密度试验 取 70% 乙醇溶液洗脱物 II 同一供试品溶液, 在 363 nm 波长处分别连续测定总黄酮吸光度 6 次, 测定结果见表 1。

2.5.5 重复性试验 取同一批 70% 乙醇溶液洗脱物 II 6 份, 制备供试品溶液, 在 363 nm 波长处分别测定总黄酮吸光度, 结果见表 1。

2.5.6 稳定性试验 取同一批 70% 乙醇溶液洗脱物 II, 制备供试品溶液, 放置室温, 在同 1 d 内每隔 2 h 在 363 nm 波长处测定总黄酮吸光度, 连续考察 8 h, 结果见表 1。



芦丁不同浓度UV标准曲线图



独一味不同提取物UV色谱图

图 1 芦丁及独一味不同提取物 UV 色谱

2.5.7 加样回收率试验 取同一批 70% 乙醇溶液洗脱物 II 6 份, 精密加入一定量的已知浓度的芦丁对照品, 依法测定, 结果见表 4。

2.6 双波长紫外分光光度法考察黄酮峰处的干扰峰 对 2.5.2 项下标准曲线测定值采用双波长法考察芦丁在 268, 363 nm 波长处其他干扰峰的含量, 优选二者中供试品中的总黄酮含量更接近真实值的波长作为测定波长。以二者的吸光度差值为吸光度, 分别以 268, 363 nm 波长为测定波长和参比波长, 通过 $A = 0.034\ 4C - 0.011\ 3$ 计算 268 nm 波长处的干扰峰含量; 同法, 以二者的吸光度差值为吸光度, 分别以 363, 268 nm 波长为测定波长和参比波长, 通过 $A = 0.032\ 8C - 0.032\ 9$ 计算 363 nm 波长处的干扰峰含量, 结果见表 2。

2.7 UV 法测定总苯乙醇苷类

2.7.1 对照品溶液的制备 取连翘酯苷 B 对照品 0.02 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 得对照品溶液 ($200\ mg \cdot L^{-1}$)。

2.7.2 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 60, 120, 240, 300, 480, 540, 600 μL , 分别置 10 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度; 以相应的溶剂为空白。用紫外-可见分光光度法, 在 332 nm 波长处测定吸光度, 分别以吸光度为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算回归方程, 结果见表 1。

2.7.3 供试品溶液的制备 分别称取水洗脱物、

表4 芦丁加样回收率试验($n=6$)

No.	$\lambda = 363 \text{ nm}$						$\lambda = 268 \text{ nm}$					
	样品含量 /mg	加入对照 品量/mg	测定含量 /mg	回收率 /%	平均回 收率/%	RSD /%	样品含量 /mg	加入对照 品量/mg	测定含量 /mg	平均回 收率/%	回收率 /%	RSD /%
1	0.417	0.387	0.791	95.58	104.48	7.21	1.087	0.387	1.311	77.72	96.23	12.75
2	0.399	0.387	0.769	94.99			1.039	0.387	1.300	92.74		
3	0.399	0.387	0.810	110.14			1.039	0.387	1.369	115.78		
4	0.374	0.387	0.782	107.11			0.974	0.387	1.252	96.59		
5	0.361	0.387	0.768	108.99			0.941	0.387	1.198	91.22		
6	0.380	0.387	0.800	110.07			0.990	0.387	1.289	103.33		

70%乙醇洗脱物Ⅱ、超滤物及独一味水提物0.01 g,70%乙醇洗脱物Ⅰ0.002 g,精密称定,置100 mL量瓶中,加50%甲醇70 mL,超声提取30 min,放冷,加50%甲醇至刻度,摇匀,取适量,滤过,备用,依法测定吸光度,计算总苯乙醇苷含量,结果见表2,图2。

2.7.4 精密度试验 取70%乙醇洗脱物Ⅱ同一供试品溶液,在332 nm波长处分别连续测定总苯乙醇苷吸光度6次,测定结果见表1。

2.7.5 重复性试验 取同一批70%乙醇洗脱物Ⅱ6份,制备供试品溶液,在332 nm波长处分别测定总苯乙醇苷吸光度,结果见表1。

2.7.6 稳定性试验 取同一批70%乙醇洗脱物Ⅱ,制备供试品溶液,放置室温,在同1 d内每隔2 h在332 nm波长处测定总苯乙醇苷吸光度,连续考察8 h,结果见表1。

2.7.7 加样回收率试验 取同一批70%乙醇洗脱物Ⅱ6份,精密加入一定量的已知浓度的连翘酯苷B对照品,依法测定,结果见表5。

表5 连翘酯苷B加样回收率试验($n=6$)

No.	样品 称样量 /g	样品 含量 /mg	测定 含量 /mg	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	0.007	0.602	1.391	98.95	100.26	2.92
2	0.007	0.648	1.436	99.69		
3	0.005	0.493	1.252	95.32		
4	0.006	0.529	1.338	102.64		
5	0.006	0.529	1.317	103.03		
6	0.005	0.493	1.299	101.95		

注:对照品加入量均为0.792 mg。

表2结果显示,用70%乙醇洗脱大孔吸附树脂提取物中总环烯醚萜苷含量达到了54.83%,再经过中空纤维超滤设备超滤、减压干燥所得超滤物,含量有所提高,达到了76.25%。水洗脱物和70%乙

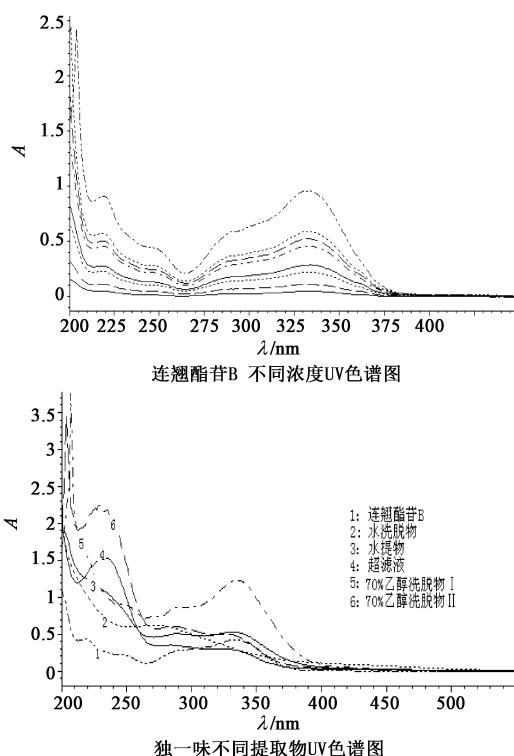


图2 连翘酯苷B及独一味不同提取物UV色谱

醇洗脱聚酰胺柱提取物,均没有检测到总环烯醚萜苷成分,二者在252 nm波长处没有吸光度或吸光度值较低。可见用此方法富集总环烯醚萜苷较为理想。

表2结果显示,70%乙醇洗脱物Ⅰ中苯乙醇苷类成分含量达到56.56%,图2也显示70%乙醇洗脱物Ⅰ的UV图谱与连翘酯苷B对照品UV色谱图很相似,可见该提取物中苯乙醇苷类成分相对较大。

本课题组对独一味不同提取物成分考察结果显示,用70%乙醇洗脱大孔吸附树脂的提取物及其超滤物中主要成分是环烯醚萜苷类(54.83%),其次是苯乙醇苷类(10.15%)、黄酮类(5.77%);70%乙醇洗脱聚酰胺柱的提取物中主要成分是苯乙醇苷类

(56.56%),其次是黄酮类(50.29%);水提取物中主要成分是环烯醚萜苷类(20.36%)、其次是苯乙醇苷类(8.82%)、黄酮类(6.9%);水洗脱物中没有检测到环烯醚萜苷类成分,黄酮类和苯乙醇苷类成分含量较低(1.6%)。

3 讨论

黄酮类成分以芦丁为对照品,碱性硝酸铝-亚硝酸钠显色分光光度法测定总黄酮含量。用 70% 乙醇洗脱聚酰胺树脂所得提取物,测得含量达到了 150.78%,经分析和进一步考察,该洗脱物中主要含有苯乙醇苷类成分和黄酮类成分,苯乙醇苷类成分如连翘酯苷 B、麦角甾苷等分子结构式均含有 2 个邻二酚羟基苯,而黄酮类成分如木犀草素、槲皮素、芦丁等分子结构式均含有 1 个邻二酚羟基苯,邻二酚羟基苯易与碱性硝酸铝-亚硝酸钠形成 Al^{3+} 络合物,显红色,所以出现了含量超过 100% 的现象。这个测定方法也是《中国药典》2010 年版、2005 年版一部中独一味片和独一味胶囊中总黄酮测定方法,独一味片和独一味胶囊均以独一味水提物为原料制备而成,所以此法作为法定标准测定该药品中的总黄酮并不严谨,有待进一步改进。

本课题组又对芦丁的 2 个波带紫外吸收进行了考察,通过全波长扫描, I 带波长在 268 nm 处吸光度值最高, II 带波长在 363 nm 处吸光度值最高,表 2 结果显示,70% 乙醇洗脱物 I 两个波带的含量基本一样,约 50%,而其他提取物 2 个波带的含量不一样,说明其他提取物在这 2 个波带干扰峰不同,我们又采用双波长法考察了两波带处干扰情况,计算结果显示,363 nm 处的干扰较少,测定结果更接近真实值。

有关独一味含量测定,解军波等^[8]采用 LC-MS-MS 测定木犀草素含量,桑育黎等^[9]采用 HPLC 测定独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 含量,何希瑞等^[10]采用 HPLC 法测定独一味颗粒剂、胶囊剂、片剂等制剂中的山柰苷甲酯等单体的含量;本课题组

通过一阶导数紫外分光光度法测定独一味药材及不同提取物中总环烯醚萜苷含量、UV 法测定总苯乙醇苷含量;通过碱性硝酸铝-亚硝酸钠显色分光光度法考察总黄酮含量,且与双波长法考察芦丁的两个波带处总黄酮含量相比较,建议总黄酮含量测定以芦丁为对照品, II 带波长(如 363 nm)为测定波长,紫外分光光度法测定。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 IXH.
- [2] 王瑞冬. 独一味的生药学研究[D]. 上海:第二军医大学,2005:4.
- [3] 潘正,高运玲,张涛,等. HPLC 法测定独一味根中环烯醚萜苷和苯乙醇苷[J]. 医学教育探索,2011,42(2):279.
- [4] 邱建国,张泉龙,尉丽力,等. 工业化提取分离纯化独一味总环烯醚萜苷类成分[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,13(17):32.
- [5] 李茂星,贾正平,胡之德,等. 大孔树脂富集纯化藏药独一味总环烯醚萜苷[J]. 中国中药杂志,2007,32(17):1743.
- [6] 贾正平. 从藏药独一味中提取总环烯醚萜苷的方法及其用途:中国,ZL200410011679.0[P]. 2005-08-31.
- [7] 李茂星,贾正平,胡之德,等. 藏药独一味中总环烯醚萜苷的含量测定[J]. 华西药学杂志,2007(22):208.
- [8] 解军波,张彦青,吴国娇,等. LC-MS/MS 法测定独一味中木犀草素[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(7):64.
- [9] 桑育黎,郝延军,陈沉,等. HPLC 测定独一味软胶囊中 8-epideoxyloganic acid 的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(13):107.
- [10] 何希瑞,李茂星,樊鹏程,等. HPLC 法测定独一味制剂中山柰苷甲酯[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(7):50.

[责任编辑 顾雪竹]