

桂枝汤中9种主要成分含量的测定和不同煎煮方式的比较研究^Δ

袁鹏飞^{1,2*}, 刘 焕¹, 尚明英^{1#}, 徐 风¹, 刘广学¹, 蔡少青¹, 李兰芳³, 姜廷良³(1.北京大学药学院, 北京 100191; 2.北京市西城区食品药品监督管理局, 北京 100033; 3.中国中医研究院中药研究所, 北京 100700)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)06-0801-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.06.26

摘 要 目的:建立同时测定桂枝汤中9种主要成分含量的方法,比较传统煎煮和煎药机煎煮对桂枝汤中上述成分含量的影响。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Agilent Zorbax SB C₁₈,流动相为乙腈-0.1%磷酸(梯度洗脱),流速为1.0 ml/min,检测波长为230 nm(芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷)、254 nm(桂皮醛、甘草酸)、280 nm(没食子酸、香豆素、桂皮酸、2-甲氧基桂皮醛),柱温为25 ℃,进样量为10 μl。结果:没食子酸、芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷、香豆素、桂皮酸、桂皮醛、2-甲氧基桂皮醛和甘草酸检测质量浓度线性范围分别为0.410 2~210.0($r=0.999\ 9$)、0.994 0~254.5($r=0.999\ 9$)、1.636 0~1 675.0($r=0.999\ 9$)、0.988 3~506.0($r=0.999\ 6$)、0.987 3~31.59($r=0.999\ 5$)、0.486 8~124.6($r=0.999\ 5$)、2.458 0~314.6($r=0.999\ 5$)、0.034 3~1.096($r=0.999\ 8$)、1.711 0~219.0 μg/ml($r=0.999\ 7$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD<5%,加样回收率分别为93.56%~103.19%(RSD=4.00%, $n=9$)、101.51%~107.32%(RSD=2.21%, $n=9$)、95.08%~103.76%(RSD=2.87%, $n=9$)、100.82%~105.73%(RSD=1.85%, $n=9$)、85.08%~89.12%(RSD=1.40%, $n=9$)、92.31%~99.12%(RSD=2.71%, $n=9$)、99.17%~102.32%(RSD=1.24%, $n=9$)、100.15%~103.98%(RSD=1.18%, $n=9$)、99.93%~102.61%(RSD=1.03%, $n=9$)。煎药机煎煮所得总有效成分含量为4 565 μg/g,传统煎煮所得总有效成分含量为2 742 μg/g。结论:该方法操作简便、稳定、重复性好,可用于桂枝汤中9种主要成分含量的同时测定,其中没食子酸、芍药内酯苷和2-甲氧基桂皮醛的含量测定为桂枝汤中首次报道。煎药机煎煮所得总有效成分含量高于传统煎煮所得总有效成分。

关键词 桂枝汤;高效液相色谱法;质量评价;煎煮方式

Contents Determination of Nine Components in Guizhi Decoction and Comparison of Different Decoction Methods

YUAN Pengfei^{1,2}, LIU Huan¹, SHANG Mingying¹, XU Feng¹, LIU Guangxue¹, CAI Shaoqing¹, LI Lanfang³, JI-ANG Tingliang³(1.School of Pharmacy, Peking University, Beijing 100191, China; 2.Food and Drug Administration of Beijing Xicheng District, Beijing 100033, China; 3.Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the contents determination of 9 components in Guizhi decoction, and compare the effects of traditional decoction method and the extracting machine decoction method on these contents in Guizhi decoction. METHODS: HPLC was performed on the column of Agilent Zorbax SB-C₁₈ with mobile phase of acetonitrile - 0.1% phosphoric acid (gradient elution) at a flow rate of 1.0 ml/min, the detection wavelength was 230 nm, 254 nm and 280 nm, the column temperature was 25 ℃, and the injection volume was 10 μl. RESULTS: The linear range was 0.410 2-210.0 μg/ml for gallic acid($r=0.999\ 9$), 0.994 0-254.5 μg/ml for albiflorin($r=0.999\ 9$), 1.636 0-1 675.0 μg/ml for paeoniflorin($r=0.999\ 9$), 0.988 3-506.0 μg/ml for liquiritin($r=0.999\ 6$), 0.987 3-31.59 μg/ml for coumarin($r=0.999\ 5$), 0.486 8-124.6 μg/ml for cinnamic acid($r=0.999\ 5$), 2.458 0-314.6 μg/ml for cinnamaldehyde($r=0.999\ 5$), 0.034 3-1.096 μg/ml for 2-methoxy cinnamaldehyde($r=0.999\ 8$), and 1.711 0-219.0 μg/ml for glycyrrhizic acid ($r=0.999\ 7$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 5%, recoveries were 93.56%-103.19% (RSD=4.00%, $n=9$), 101.51%-107.32% (RSD=2.21%, $n=9$), 95.08%-103.76% (RSD=2.87%, $n=9$), 100.82%-105.73% (RSD=1.85%, $n=9$), 85.08%-89.12% (RSD=1.40%, $n=9$), 92.31%-99.12% (RSD=2.71%, $n=9$), 99.17%-102.32% (RSD=1.24%, $n=9$), 100.15%-103.98% (RSD=1.18%, $n=9$), 99.93%-102.61% (RSD=1.03%, $n=9$). The content of total effective components from the extracting machine decoction method was 4 565 μg/g, that from the traditional decoction method was 2 742 μg/g. CONCLUSIONS: The method is simple, stable and reproducible, and can be used for the simultaneous determination of 9 components in Guizhi decoction. The contents of gallic acid, albiflorin and 2-methoxy cinnamaldehyde are first reported. The total effective components from the extracting machine decoction method are higher than that from the traditional decoction method.

KEYWORDS Guizhi decoction; HPLC; Quality evaluation; Decoction method

桂枝汤来源于《伤寒论》,由桂枝、芍药、炙甘草、生姜、大枣5味中药组成,具有解肌发表、调和营卫之功效,主治外感风寒表虚证。中医临床常用于治疗感冒、流感、风湿、头痛等症。现代药理研究表明,桂枝汤对体温具有双向调节作用,主要有效成分为苯丙烯类化合物^[1-3],包括桂皮醛、桂皮醇、桂皮酸、2-甲氧基桂皮醛、2-甲氧基桂皮醇、香草醛、4-羟基-3-甲氧基桂皮醛、桂皮醇乙酸酯、香豆素、芒柄花素、甘草素、异甘草素等。

Δ 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.30873416)
* 硕士研究生。研究方向:生药质量评价。E-mail: pfyuan@139.com
通信作者:副教授,博士。研究方向:生药学。电话:010-82802534。E-mail: myshang@bjmu.edu.cn

草素、6-姜酚、(3*S*, 5*S*)-姜辣二醇和(3*R*, 5*S*)-姜辣二醇等成分^[4-5]。近年来已有文献分别报道了桂枝汤中桂皮醛^[6-10]、桂皮酸^[6,10-11]、芍药苷^[6,8-11]、甘草酸^[6,8-10]、6-姜酚^[6]、甘草苷^[8-9]、肉桂酸^[8-9]、原儿茶酸^[10]、香豆素^[10]等成分的含量测定方法。

本研究通过高效液相色谱(HPLC)法,建立了同时测定桂枝汤中9种主要成分(没食子酸、芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷、香豆素、桂皮酸、桂皮醛、2-甲氧基桂皮醛和甘草酸)含量的测定方法,其中没食子酸、芍药内酯苷和2-甲氧基桂皮醛的含量为桂枝汤中首次报道;比较了传统煎煮和煎药机煎煮对桂枝汤中上述成分含量的影响,以为评价桂枝汤质量,指导中医临床用药提供依据。

1 材料

1.1 仪器

1100型HPLC仪,包括G1379型在线真空脱气机、G1312A型二元梯度泵、G1313A型自动进样器、G1316A型柱温箱, G1315B型二极管阵列检测器(美国Agilent公司);BT25S型十万分之一电子天平(德国Sartorius公司);万分之一电子天平(美国Ohaus公司);KQ-500DE型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);RT-02A型小型粉碎机(北京弘荃翔和机械技术有限公司);CKD-30型分体式电子智能保健煲(佛山市飞鹿万尔电器有限公司);SVA2000型中药煎药机(天津三延精密机械公司);Milli-Q型超纯水制备仪(美国Millipore公司)。

1.2 试剂

没食子酸对照品(批号:100702,纯度>98%)、甘草苷对照品(批号:90108,纯度>98%)、香豆素对照品(批号:100606,纯度>98%)、甘草酸对照品(批号:91204,纯度>98%)均购自成都曼思特生物科技有限公司;芍药内酯苷对照品(批号:20100722,纯度>98%)购自上海展舒化学科技有限公司;桂皮酸对照品(批号:A0218853001,纯度>98%)、桂皮醛对照品(批号:A0295155,纯度>98%)、2-甲氧基桂皮醛对照品(批号:S07070-195,纯度>98%)均购自北京百灵威科技有限公司;芍药苷从赤芍中分离纯化,经核磁、质谱鉴定结构,经HPLC测定纯度>98%;乙腈、磷酸、甲酸为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

1.3 药材

试验所用药材(见表1)经尚明英副教授鉴定为真品,同批号样品保存在北京大学药学院生药学标本室。

表1 药材信息

Tab 1 The information of crude drugs				
药材	产地	购买地	编号	用途
桂枝	广西	北京市花园路联康药店	6 838	传统煎煮方式和煎药机煎煮方式的比较
白芍	安徽	北京市花园路联康药店	6 554	
炙甘草	内蒙古	北京市花园路联康药店	6 553	
生姜	不详	北京花园路超市发超市	无	
大枣	不详	北京花园路超市发超市	无	

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱:Agilent Zorbax SB C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸(B),梯度洗脱(见表2);流速:1.0 ml/min;检测波长:230 nm(芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷)、254 nm(桂皮醛、甘草酸)、280 nm(没食子酸、香豆素、桂皮酸、2-甲氧基桂皮醛);柱温:25 ℃,进样量:10 μl。在上述色谱条件下,

理论板数以待测成分峰计均不低于3 000,分离度均>1.5。色谱见图1、图2(图中未标注的色谱峰为成分指认内容,本文不涉及)。

表2 梯度洗脱程序

Tab 2 Gradient elution program		
t, min	A, %	B, %
0~10	5→13	95→87
10~15	13	87
15~35	13→18	87→82
35~40	18	82
40~45	18→20	82→80
45~80	20→31	80→69
80~85	31	69
85~95	31→36	69→64
95~100	36→50	64→50
100~110	50→100	50→0

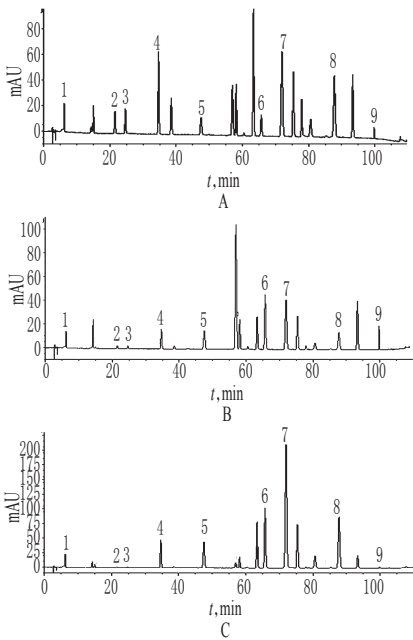


图1 混合对照品的高效液相色谱图

A.230 nm;B;254 nm;C;280 nm;1.没食子酸;2.芍药内酯苷;3.芍药苷;4.甘草苷;5.香豆素;6.桂皮酸;7.桂皮醛;8. 2-甲氧基桂皮醛;9.甘草酸

Fig 1 HPLC chromatograms of mixed reference substance

A.230 nm; B.254 nm; C.280 nm; 1.gallic acid; 2.albiflorin; 3.paeoniflorin; 4.liquiritin; 5.coumarin; 6.cinnamic acid; 7.cinnamaldehyde; 8.2-methoxycinnamaldehyde; 9.glycyrrhizic acid

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 称取对照品适量以甲醇溶解,制成每1 ml分别含没食子酸420 μg、芍药内酯苷1 018 μg、芍药苷3 351 μg、甘草苷1 012 μg、香豆素1 011 μg、桂皮酸997 μg、桂皮醛2 517 μg、2-甲氧基桂皮醛1 754 μg、甘草酸438.0 μg的单一对照品溶液。取上述单一对照品溶液等体积混合,制成混合对照品溶液。

2.2.2 供试品样品溶液 (1)传统煎煮方法:根据桂枝汤处方分别称取药材各2份(桂枝9 g、白芍9 g、炙甘草6 g、生姜9 g、大枣9 g),置于分体式电子智能保健煲中。一煎加入8倍量水,浸渍30 min,煎煮30 min;二煎加入6倍量水,煎煮30 min。合并两次煎煮液,两层纱布过滤,冷却至室温,加水稀释至200 ml,0.45 μm微孔滤膜滤过,即得。(2)煎药机煎煮:结合中医临床用药经验并参考文献方法^[12],根据处方的5倍量分

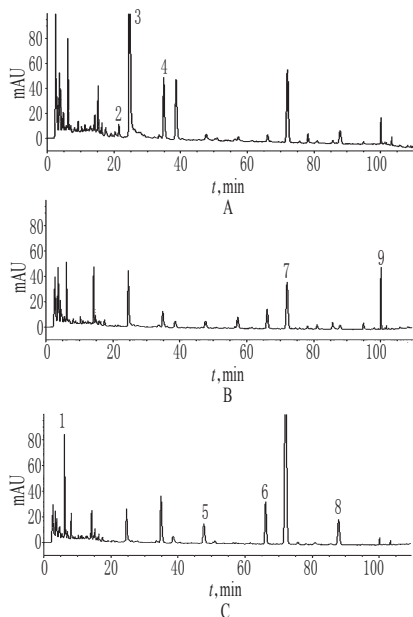


图2 桂枝汤的高效液相色谱图

A.230 nm;B;254 nm;C;280 nm;1.没食子酸;2.芍药内酯苷;3.芍药苷;4.甘草苷;5.香豆素;6.桂皮酸;7.桂皮醛;8.2-甲氧基桂皮醛;9.甘草酸

Fig 2 HPLC chromatograms of Guizhi decoction

A.230 nm; B.254 nm; C.280 nm; 1.gallic acid; 2.albiflorin; 3.paeoniflorin; 4.liquiritin; 5.coumarin; 6.cinnamic acid; 7.cinnamaldehyde; 8.2-methoxycinnamaldehyde; 9.glycyrrhizic acid

别称取与传统煎煮方法同批次的药材各2份(桂枝45 g、白芍45 g、炙甘草30 g、生姜45 g、大枣45 g),用无纺布包好,加水约2.5 L,浸泡1 h,煎煮1 h。每次煎得煎剂10袋,每袋约200 ml,煎煮液经0.45 μm微孔滤膜滤过,即得。

2.3 检测限与定量限考察

取“2.2.1”项下混合对照品溶液倍比稀释,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。当信噪比为3:1时,得检测限(LOD);当信噪比为10:1时,得定量限(LOQ),结果见表3。

表3 检测限和定量限测定结果(n=3)

Tab 3 Results of low limits of detection and quantification (n=3)

对照品	LOD, μg/ml	LOQ, μg/ml
没食子酸	0.650	2.14
芍药内酯苷	2.98	7.15
芍药苷	3.27	13.10
甘草苷	1.67	4.95
香豆素	0.829	2.44
桂皮酸	0.056 1	1.04
桂皮醛	2.09	6.34
2-甲氧基桂皮醛	0.013 8	0.039 1
甘草酸	1.26	4.27

2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2.1”项下单一对照品溶液0.6、0.8、1.0、1.2、1.4 ml,分别置于10 ml量瓶中,加流动相定容,制成系列单一对照品溶液。精密量取上述系列单一对照品溶液各10 μl,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以待测成分质量浓度(x, μg/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程和线性范围,详见表4。

2.5 精密度试验

取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,按“2.1”项下色谱条

表4 回归方程和线性范围(n=6)

Tab 4 Regression equation and linear ranges (n=6)

待测成分	波长,nm	回归方程	线性范围, μg/ml	r
没食子酸	280	$y=22.39x-3.939$	0.410 2~210.0	0.999 9
芍药内酯苷	230	$y=11.30x+7.294$	0.994 0~254.5	0.999 9
芍药苷	230	$y=10.32x+16.74$	1.636 0~1 675.0	0.999 9
甘草苷	230	$y=22.57x+77.15$	0.988 3~506.0	0.999 6
香豆素	280	$y=49.61x-10.54$	0.987 3~31.59	0.999 5
桂皮酸	280	$y=91.33x+53.37$	0.486 8~124.6	0.999 5
桂皮醛	254	$y=18.35x+23.55$	2.458 0~314.6	0.999 5
2-甲氧基桂皮醛	280	$y=5.864.5x-6.125$	0.034 3~1.096	0.999 8
甘草酸	254	$y=6.599x+9.892$	1.711 0~219.0	0.999 7

件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,没食子酸、芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷、香豆素、桂皮酸、桂皮醛、2-甲氧基桂皮醛和甘草酸峰面积的RSD分别为1.26%、3.17%、3.28%、1.70%、1.11%、1.77%、1.75%、1.94%和1.64%(n=6),表明仪器精密程度良好。

2.6 稳定性试验

取“2.2.2(1)”项下供试品溶液适量,分别于放置0、4、8、16、24 h时进样测定,记录峰面积。结果,没食子酸、芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷、香豆素、桂皮酸、桂皮醛、2-甲氧基桂皮醛和甘草酸峰面积的RSD分别为0.61%、3.79%、2.61%、1.39%、0.55%、0.21%、1.71%、0.35%和1.54%(n=5),表明供试品溶液在24 h内基本稳定。

2.7 重复性试验

精密称取同一批样品适量,按“2.2.2(1)”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,没食子酸、芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷、香豆素、桂皮酸、桂皮醛、2-甲氧基桂皮醛和甘草酸峰面积的RSD分别为2.80%、4.62%、2.57%、1.34%、1.14%、1.29%、1.62%、1.21%和2.39%(n=6),表明本方法重复性良好。

2.8 加样回收试验

取已知含量样品适量,共6份,每份2 g,分别加入高、中、低质量的对照品,按“2.2.2(1)”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量,并计算加样回收率,结果见表5。

表5 加样回收率试验结果(n=9)

Tab 5 Results of recovery test (n=9)

待测成分	样品含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
没食子酸	3.53	3.26	6.59	93.87	99.31	4.00
	3.53	3.26	6.58	93.56		
	3.53	3.26	6.63	95.09		
	3.53	4.07	7.73	103.19		
	3.53	4.07	7.72	102.95		
	3.53	4.07	7.71	102.70		
	3.53	4.88	8.44	100.61		
	3.53	4.88	8.43	100.41		
	3.53	4.88	8.48	101.43		
	2.05	3.18	5.41	105.66		
	2.05	3.18	5.41	105.66		
	2.05	3.18	5.4	105.35		
芍药内酯苷	2.05	3.98	6.1	101.76	104.75	2.21
	2.05	3.98	6.09	101.51		
	2.05	3.98	6.13	102.51		
	2.05	4.78	7.15	106.69		
	2.05	4.78	7.13	106.28		
	2.05	4.78	7.18	107.32		
	2.05	4.78	7.18	107.32		
	2.05	4.78	7.18	107.32		

续表5 Continued tab 5						
待测成分	样品含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
芍药苷	71.4	63.8	136.1	101.41	100.68	2.87
	71.4	63.8	136.5	102.04		
	71.4	63.8	137.4	103.45		
	71.4	79.7	151.2	100.13		
	71.4	79.7	152.1	101.25		
	71.4	79.7	154.1	103.76		
	71.4	95.6	162.3	95.08		
	71.4	95.6	164.2	97.07		
	71.4	95.6	168.8	101.88		
	5.52	4.89	10.59	103.68		
甘草苷	5.52	4.89	10.61	104.09	102.20	1.85
	5.52	4.89	10.69	105.73		
	5.52	6.11	11.65	100.33		
	5.52	6.11	11.68	100.82		
	5.52	6.11	11.71	101.31		
	5.52	7.33	12.95	101.36		
	5.52	7.33	12.97	101.64		
	5.52	7.33	12.91	100.82		
	0.991	1.02	1.89	88.14		86.73
	0.991	1.02	1.89	88.14		
香豆素	0.991	1.02	1.9	89.12		1.40
	0.991	1.28	2.09	85.86		
	0.991	1.28	2.1	86.64		
	0.991	1.28	2.08	85.08		
	0.991	1.54	2.31	85.65		
	0.991	1.54	2.32	86.30		
	0.991	1.54	2.31	85.65		
	1.37	1.13	2.48	98.23		96.66
	1.37	1.13	2.48	98.23		
	1.37	1.13	2.49	99.12		
桂皮酸	1.37	1.41	2.76	98.58		2.71
	1.37	1.41	2.76	98.58		
	1.37	1.41	2.75	97.87		
	1.37	1.69	2.95	93.49		
	1.37	1.69	2.95	93.49		
	1.37	1.69	2.93	92.31		
	5.92	5.61	11.62	101.60		100.97
	5.92	5.61	11.6	101.25		
	5.92	5.61	11.66	102.32		
	5.92	7.01	13.04	101.57		
桂皮醛	5.92	7.01	13.06	101.85		1.24
	5.92	7.01	13.07	102.00		
	5.92	8.41	14.27	99.29		
	5.92	8.41	14.26	99.17		
	5.92	8.41	14.3	99.64		
	1.05	0.519	1.58	102.12		102.28
	1.05	0.519	1.58	102.12		
	1.05	0.519	1.58	102.12		
	1.05	0.649	1.71	101.69		
	1.05	0.649	1.7	100.15		
2-甲氧基桂皮醛	1.05	0.649	1.71	101.69		1.18
	1.05	0.779	1.86	103.98		
	1.05	0.779	1.85	102.70		
	1.05	0.779	1.86	103.98		
	6.13	5.984	12.11	99.93		101.33
	6.13	5.984	12.12	100.10		
	6.13	5.984	12.12	100.10		
	6.13	7.48	13.72	101.47		
						1.03

续表5 Continued tab 5						
待测成分	样品含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
	6.13	7.48	13.75	101.87		
	6.13	7.48	13.72	101.47		
	6.13	8.976	15.31	102.27		
	6.13	8.976	15.3	102.16		
	6.13	8.976	15.34	102.61		

2.9 样品含量测定

取不同批次样品各适量,分别按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量,结果见表6。

表6 样品含量测定结果($n=2, \mu\text{g/g}$)

Tab 6 Results of contents determination of samples ($n=2, \mu\text{g/g}$)		
待测成分	煎煮方式	
	煎药机煎煮	传统煎煮
没食子酸	259.0	330.0
芍药内酯苷	336.3	271.1
芍药苷	1 288	1 143
甘草苷	622.5	226.0
香豆素	60.11	48.08
桂皮酸	114.3	152.8
桂皮醛	1 079.00	51.98
2-甲氧基桂皮醛	0.928 6	0.317 9
甘草酸	806.0	519.3
总含量	4 565	2 742

3 讨论

3.1 桂枝汤传统煎煮与煎药机煎煮的区别

3.1.1 煎煮方式 传统煎煮敞口常压煎煮,煎药机煎煮采用密闭常压或微压煎煮。

3.1.2 煎煮次数 传统煎煮一般煎煮两次,煎药机煎煮一般煎一次。采用煎药机时,所需加水量较大,煎煮时间较长,煎得药液较多。另外,煎药机有众多型号,本研究采用普通型煎药机,常压煎煮一次,也可以采用两煎系列煎药机,煎煮两次。

3.2 不同煎煮方式的结果分析

通过对传统煎煮和煎药机煎煮方式的比较,没食子酸和桂皮酸的含量以传统煎煮为高,芍药内酯苷、芍药苷、甘草苷、香豆素、桂皮醛、2-甲氧基桂皮醛和甘草酸的含量以煎药机煎煮为高,特别是桂皮醛的含量煎药机煎煮显著高于传统煎煮。在本试验条件下,桂枝汤煎药机煎煮有效成分的总煎出率高于传统煎煮。本试验桂枝汤中芍药为白芍,根据文献报道^[13-14],白芍中没食子酸和芍药内酯苷的含量明显高于赤芍,而芍药苷含量低于赤芍。

综上,本方法操作简便、稳定、重复性好,可用于桂枝汤中9种主要成分含量的同时测定,其中没食子酸、芍药内酯苷和2-甲氧基桂皮醛的含量测定为桂枝汤中首次报道。煎药机煎煮的总有效成分煎出率高于传统煎煮方式。

参考文献

- [1] 齐云,李沧海,郭淑英,等.桂枝汤对体温双向调节作用机制探讨:对发热及低体温大鼠下丘脑PGE2含量及COX活性的影响[J].中药药理与临床,2001,17(6):1.
- [2] 齐云,霍海如,周军,等.桂枝汤对体温双向调节作用机制探讨:对下丘脑中腺苷酸环化酶活性及环一磷酸腺苷含

HPLC法测定补骨脂-青龙衣酊中补骨脂素的含量^Δ

唐 菱*,赵瑞亭[#](重庆市中医院药剂科,重庆 400011)

中图分类号 R284.1;R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)06-0805-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.06.27

摘 要 目的:建立测定补骨脂-青龙衣酊中补骨脂素含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为 Shim-pack VP-ODS C₁₈,流动相为甲醇-水(60:40, V/V),流速为 0.8 ml/min,检测波长为 246 nm,柱温为 25 ℃,进样量为 20 μl。结果:补骨脂素的检测质量浓度线性范围为 2.49~39.90 μg/ml;精密性、稳定性、重复性试验的 RSD<2.00%;加样回收率范围为 97.23%~100.58%,RSD=1.17%(n=6)。结论:该方法快速简便、准确可靠,可用于补骨脂-青龙衣酊中补骨脂素的含量测定。
关键词 高效液相色谱法;补骨脂;青龙衣;补骨脂素

Content Determination of Psoralen in Psoralea-pericarpium Juglates Liniment by HPLC
TANG Ling, ZHAO Ruiting (Dept. of Pharmacy, Chongqing Traditional Chinese Medicine Hospital, Chongqing 400011, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the content determination of psoralen in Psoralea-pericarpium juglates liniment. METHODS: HPLC was performed on the column of Shim-pack VP-ODS C₁₈ with mobile phase of methanol-water (60:40, V/V) at a flow rate of 0.8 ml/min, detection wavelength was 246 nm, column temperature was 25 ℃, and injection volume was 20 μl. RESULTS: The linear range of psoralen was 2.49-39.90 μg/ml; RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2.00%; recovery was 97.23%-100.58% (RSD=1.17%, n=6). CONCLUSIONS: The method is fast, simple, accurate and reliable, and can be used for the content determination of psoralen in Psoralea-pericarpium juglates liniment.
KEYWORDS HPLC; Psoralea; Pericarpium juglates; Psoralen

=====

量的影响[J].中国实验方剂学杂志,2001,7(2):25.

[3] 马悦颖,尚明英,李沧海,等.桂枝汤有效成分苯丙烯类化合物干预 IL-1 β 刺激小鼠脑微血管内皮细胞释放 PGE₂ 的构效关系[J].药学学报,2007,42(7):798.

[4] 周硕,霍海如,郭建友,等.桂枝汤对体温整合调节作用的活性成分研究[J].中国中药杂志,2007,32(9):865.

[5] Zhou S, Liang H, Cai SQ, et al. Studies on the chemical constituents of the active fraction of Gui-Zhi decoction [J]. *Journal of Chinese Pharmaceutical Sciences*, 2007, 16 (1):24.

[6] Huang H, Kuo K, Hsieh Y. Determination of cinnamaldehyde, cinnamic acid, paeoniflorin, glycyrrhizin and [6]-gingerol in the traditional Chinese medicinal preparation Kuei-chih-tang by cyclodextrin-modified micellar electrokinetic chromatography[J]. *J Chromatogr A*, 1997, 771(1/2):267.

[7] 杨林,胡华明.HPLC测定桂枝汤不同配伍中桂皮酸和桂

皮醛的含量[J].浙江中医药大学学报,2009,33(6):879.

[8] 柏冬,范斌,牛晓红,等.HPLC-系统内标法测定桂枝汤中芍药苷、甘草苷、肉桂酸、桂皮醛和甘草酸[J].中草药,2010,41(3):387.

[9] 柏冬,范斌,牛晓红,等.多波长高效液相色谱法同时测定桂枝汤中5种有效成分的含量[J].药物分析杂志,2010,30(1):1.

[10] 陈莹蓉,马越鸣,张宁.桂枝汤类方化学成分含量研究[J].中成药,2010,32(6):996.

[11] 王福霞,敖书华,杨林,等.桂枝汤中桂枝不同配伍对桂皮酸含量的影响[J].中国药房,2010,21(27):2522.

[12] 李梅珍,唐樑,黄玉宇,等.多指标正交实验优选桂枝汤最佳煎煮工艺[J].中华中医药学刊,2014,32(6):1451.

[13] 周红涛,骆亦奇,胡世林,等.赤芍与白芍的化学成分含量比较研究[J].中国药理学杂志,2003,38(9):654.

[14] 张建军,李伟,王丽丽,等.赤芍和白芍功用及化学成分研究述评[C]//第六次临床中药学学术年会暨临床中药学学科建设经验交流论文集.郑州:中华中医药学会,2013:391.

Δ 基金项目:重庆市卫生局科研资助课题(No.2006-b-11)
* 主管药师,硕士。研究方向:医院制剂及其质量。电话:023-67538624。E-mail:2000tangling@163.com
通信作者:主任药师。研究方向:医院制剂及其质量。电话:023-63715677。E-mail:499362737@qq.com

(收稿日期:2015-07-13 修回日期:2015-09-04)
(编辑:张 静)