

HPLC-DAD法同时测定蒙药森登-4汤散中7种抗风湿活性成分的含量^Δ

苏日塔拉图^{1*},于佳琦²,王曦烨²,刘景林²,徐 宁²,许 良^{2#}(1.内蒙古民族大学附属医院蒙药制剂室,内蒙古通辽 028042;2.内蒙古民族大学化学化工学院/天然产物化学及功能分子合成自治区重点实验室,内蒙古通辽 028042)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2019)02-0221-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2019.02.16

摘 要 目的:建立同时测定蒙药森登-4汤散中7种抗风湿活性成分儿茶素、梔子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素和槲皮素含量的方法。方法:采用高效液相色谱-二极管阵列检测法(HPLC-DAD)。色谱柱为Sil Green C₁₈,流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为1 mL/min,检测波长为238 nm,柱温为30 ℃,进样量为10 μL。结果:儿茶素、梔子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素和槲皮素检测质量浓度的线性范围分别为8.590~2 290、10.56~3 901、13.00~3 958、8.815~564.2、4.030~257.8、8.130~750.5、7.075~454.2 μg/mL($r \geq 0.999 1$);检测限分别为0.429 5、0.264 0、0.325 0、0.220 4、0.201 5、0.203 2、0.176 9 μg/mL,定量限分别为1.030、1.321、1.302、1.397、1.637、0.813 0、0.707 5 μg/mL;精密性、稳定性(48 h)、重复性试验的RSD均小于2.0%($n=6$);平均加样回收率分别为96.24%~99.28%,RSD分别为1.03%~1.63%($n=6$)。结论:该方法简便、准确、重复性良好,可用于同时测定蒙药森登-4汤散中儿茶素、梔子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素和槲皮素的含量。

关键词 森登-4汤散;高效液相色谱-二极管阵列检测法;儿茶素;二氢杨梅素;花旗松素;梔子苷;芦丁;杨梅素;槲皮素;含量

Simultaneous Determination of 7 Anti-rheumatic Active Ingredients in Mongolian Medicine Sendeng-4 Decoction Powder by HPLC-DAD

Suritalatu^{1 *}, YU Jiaqi², WANG Xiye², LIU Jinglin², XU Ning², XU Liang² (1. Dept. of Mongolian Medicine Preparation, the Affiliated Hospital of Inner Mongolia University for the Nationalities, Inner Mongolia Tongliao 028042, China; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering/Inner Mongolia Key Laboratory of Natural Products Chemistry and Functional Molecules Synthesis, Inner Mongolia University for Nationalities, Inner Mongolia Tongliao 028042, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for simultaneous determination of 7 kinds of anti-rheumatic active ingredients in Mongolian medicine Sendeng-4 decoction powder, such as catechin, jasminoidin, dihydromyricetin, texifolin, rutin, myricetin and quercetin. METHODS: HPLC-DAD method was adopted. The determination was performed on Sil Green C₁₈ column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (gradient elution) at the flow rate of 1 mL/min. The detection wavelength was set at 238 nm, and column temperature was 30 ℃. The sample size was 10 μL. RESULTS: The linear range of catechin, jasminoidin, dihydromyricetin, texifolin, rutin, myricetin and quercetin were 8.590-2 290, 10.56-3 901, 13.00-3 958, 8.815-564.2, 4.030-257.8, 8.130-750.5, 7.075-454.2 μg/mL ($r \geq 0.999 1$), respectively; the limits of detection were 0.429 5, 0.264 0, 0.325 0, 0.220 4, 0.201 5, 0.203 2, 0.176 9 μg/mL, respectively; the limits of quantification were 1.030, 1.321, 1.302, 1.397, 1.637, 0.813 0, 0.707 5 μg/mL, respectively. RSDs of precision, stability (48 h) and repetition tests were all lower than 2.0% ($n=6$). The average recoveries were 96.24%-99.28% (RSD=1.03%-1.63%, $n=6$). CONCLUSIONS: The established method is simple, accurate and reproducible, and can be used for simultaneous determination of catechin, jasminoidin, dihydromyricetin, texifolin, rutin, myricetin and quercetin in Mongolian medicine Sendeng-4 decoction powder.

KEYWORDS Sendeng-4 decoction powder; HPLC-DAD; Catechin; Dihydromyricetin; Texifolin; Jasminoidin; Rutin; Myricetin; Quercetin; Content

蒙药森登-4汤散是蒙医临床常用的抗风湿成药,于1881年收录于蒙医学家吉格木德丹金扎木苏著作《观者

Δ 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.30760299、81260682、81560702)

* 副主任蒙药师。研究方向:蒙药制剂。电话:0475-8267801。E-mail:Suri.tala@163.com

通信作者:教授,博士生导师,博士。研究方向:蒙药标准化及蒙药炮制方法。电话:0475-8313484。E-mail:nmgxl66@163.com

之喜》^[1],并收载于《传统蒙药与方剂》^[2]。该药由4味药组成,其中文冠木15 g,川楝子9 g,梔子3 g,诃子3 g;具有清热、燥黄水的功效,用于治疗痛风、关节炎、水肿等病症。近年来对森登-4汤散的化学成分、药理及毒理作用、含量测定、煎煮及提取工艺、指标成分的药动学、谱效关系、抗风湿作用机制的代谢组学、配伍机制等方面的研究已有报道^[3-8]。为了进一步阐明森登-4汤散药效

物质基础及其抗风湿作用机制及组方原理,内蒙古民族大学许良课题组研究建立了同时测定^[9]森登-4汤散中儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素和槲皮素7种活性成分的高效液相色谱-二极管阵列检测法(HPLC-DAD)。

1 材料

1.1 仪器

600型高效液相色谱仪,配有2996型光电二极管检测器、717型自动进样器、600型四元泵(美国Waters公司);AB-135S型电子天平(瑞士Mettler-Toledo公司);HH-S26S型数显恒温水浴锅(常州市金坛大地自动化仪器厂);KQ-250DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);2B型玻璃仪器气流烘干机(山东华鲁电热仪器有限公司);SHZ-CB型循环水式多用真空泵(巩义市予华仪器有限责任公司);B-220型恒温水浴锅、RE-52CS型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)。

1.2 药材、药品与试剂

4种蒙药材文冠木(批号:20150812)、诃子(批号:20161002)、栀子(批号:20151101)、川楝子(批号:20160108)均购自通辽市北方药材市场,由内蒙古民族大学附属医院蒙药制剂室苏日塔拉图副主任蒙药师鉴定,其中文冠木药材为无患子科植物文冠木(*Xanthoceras sorbifolia* Bunge.)的干燥茎干;川楝子药材为楝科植物川楝(*MeLia toosendan* Sieb.et Zucc.)的干燥成熟果实;栀子药材为茜草科植物栀子(*Gardenia jasminoides* Ellis.)的成熟果实;诃子药材为使君子科植物诃子(*Terminalia chebula* Retz.)的成熟果实。按文冠木15 g、川楝子9 g、栀子3 g、诃子3 g的处方比例,制成粗粉,过筛,混匀,即得6批样品(批号分别为20160115、20160130、20160215、20160228、20160302、20160510)。

花旗松素对照品(批号:A0082,纯度:99.2%)由成都曼思特生物科技有限公司提供;槲皮素对照品(批号:110081-200907,纯度:98.6%)、栀子苷对照品(批号:110749-200511,纯度:98%)、儿茶素对照品(批号:110877-201203,纯度:98.5%)、芦丁对照品(批号:00809705,纯度:99%)均由中国食品药品检定研究院提供;杨梅素对照品(批号:100504,纯度:>98%)、二氢杨梅素对照品(批号:101206,纯度:98.9%)均购自上海融禾医药科技发展有限公司;甲醇、乙腈为色谱纯,乙醇为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Sil Green C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸溶液(B),梯度洗脱(0~4 min,8% A→9% A;4~13 min,9% A→10% A;13~33 min,10% A→14% A;33~45 min,14% A→16% A;45~48 min,16% A→20% A;48~70 min,20% A→21% A;70~80 min,21% A→30% A;80~90 min,30% A→32% A;90~100 min,32% A→100% A;100~105 min,100% A;

105~106 min,100% A→8% A;106~110 min,8% A);流速:1 mL/min;检测波长:238 nm;柱温:30℃;进样量:10 μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品及混合对照品溶液 精密称取对照品杨梅素1.876 5 mg、儿茶素1.792 5 mg、槲皮素1.690 0 mg、花旗松素3.257 5 mg、二氢杨梅素2.725 0 mg、栀子苷1.077 5 mg、芦丁1.327 5 mg,分别置于5 mL量瓶中,用甲醇定容,摇匀,即得单一对照品溶液。精密称取单一对照品杨梅素3.753 mg、儿茶素11.45 mg、槲皮素2.271 mg、花旗松素2.821 mg、二氢杨梅素19.79 mg、栀子苷19.50 mg、芦丁1.289 mg,置于同一5 mL量瓶中,以甲醇定容,摇匀,即得混合对照品溶液。根据所需将混合对照品溶液用甲醇稀释不同的倍数,即得到7种浓度的混合对照品溶液。

7种混合对照品溶液中,杨梅素质量浓度分别为0.008 130、0.032 50、0.130 0、0.260 0、0.404 5、0.509 9、0.750 5 mg/mL;儿茶素质量浓度分别为0.008 590、0.034 44、0.137 5、0.275 0、1.038、1.600、2.290 mg/mL;栀子苷质量浓度分别为0.010 56、0.042 25、0.169 0、0.338 0、0.975 1、1.950、3.901 mg/mL;二氢杨梅素质量浓度分别为0.013 00、0.052 00、0.104 0、0.416 0、0.989 5、1.980、3.958 mg/mL;花旗松素质量浓度分别为0.008 815、0.017 63、0.035 26、0.070 53、0.141 1、0.282 1、0.564 2 mg/mL;芦丁质量浓度分别为0.004 03、0.008 060、0.016 11、0.032 23、0.064 45、0.128 9、0.257 8 mg/mL;杨梅素质量浓度分别为0.008 130、0.032 50、0.130 0、0.260 0、0.404 5、0.509 9、0.750 5 mg/mL;槲皮素质量浓度分别为0.007 075、0.014 19、0.028 39、0.056 78、0.113 6、0.227 1、0.454 2 mg/mL。以上溶液均于4℃冷藏、备用。

2.2.2 供试品溶液 精密称取森登-4样品1.000 0 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入95%乙醇10 mL,称定质量,超声(功率:300 W,频率:50 kHz)2次,每次20 min,放冷,再称定质量,用95%乙醇补足减失的质量,摇匀,用0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,得供试品溶液。

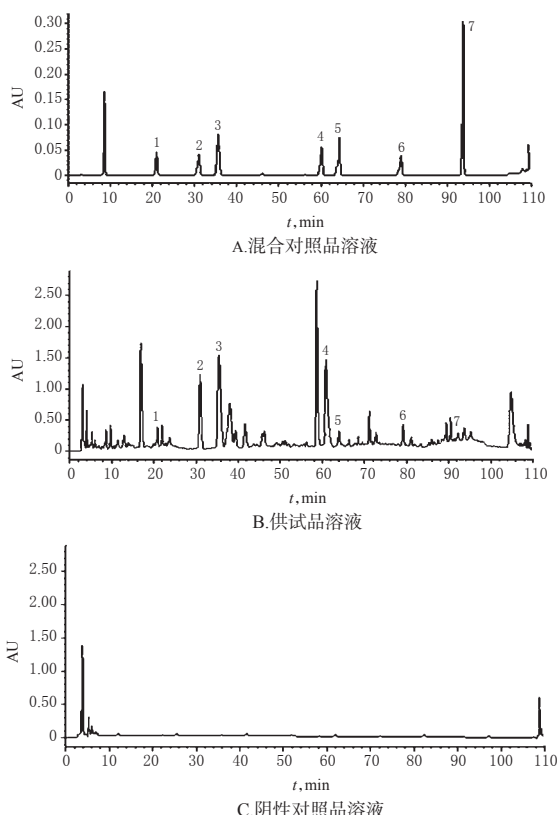
2.2.3 阴性对照品溶液 精密称取缺文冠木和栀子的森登-4样品1.000 0 g,按“2.2.2”项下方法处理和操作,得阴性对照品溶液。

2.3 系统适用性试验

分别精密量取“2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照品溶液各10 μL,按“2.1”项下色谱条件进行测定,记录色谱图。结果,在该色谱条件下,各被测成分之间、被测成分与杂质峰均基线分离,7种成分的分离度均大于1.5,理论板数按栀子苷峰计大于5 000,详见图1。

2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液10 μL,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并行进样



注:1.儿茶素;2.栀子苷;3.二氢杨梅素;4.花旗松素;5.芦丁;6.杨梅素;7.槲皮素
Note: 1. catechin; 2. jasminoidin; 3. dihydromyricetin; 4. texifolin; 5. rutin; 6. myricetin; 7. quercetin

图1 高效液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

6次,取平均值。以待测成分质量浓度($x, \mu\text{g/mL}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,线性关系考察结果详见表1。

表1 线性关系考察结果($n=6$)

Tab 1 Results of linear relationship investigation ($n=6$)

待测成分	回归方程	r	线性范围, $\mu\text{g/mL}$
儿茶素	$y=1 \times 10^5 x - 1.013 \times 10^3$	0.999 6	8.590~2 290
栀子苷	$y=1 \times 10^5 x + 2.552 \times 10^5$	0.999 7	10.56~3 901
二氢杨梅素	$y=2 \times 10^5 x + 4.845 \times 10^5$	0.999 2	13.00~3 958
花旗松素	$y=2 \times 10^5 x - 1.197 \times 10^5$	0.999 9	8.815~564.2
芦丁	$y=1 \times 10^5 x - 6.300 \times 10^4$	0.999 7	4.030~257.8
杨梅素	$y=2 \times 10^5 x + 2.956 \times 10^5$	0.999 1	8.130~750.5
槲皮素	$y=3 \times 10^5 x - 1.417 \times 10^5$	0.999 4	7.075~454.2

结果表明,7种成分在一定浓度范围内,其质量浓度与峰面积之间具有良好的线性关系。

2.5 检测限与定量限考察

精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,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;当信噪比10:1时得定量限。结果,儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素、槲皮素的检测限分别为0.429 5、0.264 0、0.325 0、0.220 4、0.201 5、0.203 2、0.176 9 $\mu\text{g/mL}$,定量限分别为1.030、1.321、1.302、1.397、1.637、0.813 0、0.707 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.6 精密度试验

精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液10 μL ,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素、槲皮素峰面积的RSD值分别为0.82%、0.64%、1.22%、0.90%、0.38%、1.71%、0.84% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.7 稳定性试验

取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:20160130)10 μL ,分别于室温下放置0、2、4、12、24、48 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素、槲皮素的峰面积RSD值分别为0.67%、0.89%、1.00%、1.31%、0.51%、0.29%、1.90% ($n=6$),表明供试品溶液在室温下放置48 h内稳定性良好。

2.8 重复性试验

精密称取同一批森登-4汤散样品(批号:20160130)适量,按“2.2.2”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,记录峰面积并计算样品平均含量。结果,儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素、槲皮素峰面积RSD值分别为0.16%、0.18%、0.12%、0.007 5%、0.005 2%、0.004 8%、0.006 3% ($n=6$),含量的平均值分别为1.592、3.978、3.866、0.367 8、0.125 4、0.543 3、0.187 6 mg/g ,表明本方法重复性良好。

2.9 加样回收率试验

取森登-4汤散样品(批号:20160130)适量,共6份,每份约1.000 0 g,共6份,精密称定,分别置于25.00 mL量瓶中,分别精密加入儿茶素(0.358 5 mg/mL)、栀子苷(0.215 5 mg/mL)、二氢杨梅素(0.545 0 mg/mL)、花旗松素(0.651 5 mg/mL)、芦丁(0.265 5 mg/mL)、杨梅素(0.375 3 mg/mL)和槲皮素(0.338 0 mg/mL)单一对照品溶液,其中低浓度组加1.00 mL、中浓度组加2.00 mL、高浓度组加3.00 mL。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,记录峰面积并计算加样回收率,详见表2。

2.10 样品含量测定

取6批样品各适量,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,并行测定3次,记录峰面积并计算样品平均含量,测定结果见表3。

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法的选择

本试验分别用95%乙醇回流提取法(回流提取2次,每次1.5 h)和超声提取法提取(功率:300 W,频率:50 kHz,超声2次,每次20 min)供试品中7种成分,对所得到的提取物的HPLC谱图做了比较,从中选择供试品提取方法。结果发现,采用超声提取法制备供试品溶液的HPLC谱图中7种成分的干扰成分少,色谱峰形和分离度均优于乙醇回流提取法所提取物。因此,本试验选择超声提取法制备供试品溶液。

表2 加样回收率试验结果(n=6)

Tab 2 Results of recovery tests(n=6)							
待测成分	取样量, g	样品含量, mg	加入量, mg	测得量, mg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
儿茶素	1.000 4	1.580	0.358 5	1.926	96.51	97.84	1.34
	1.001 0	1.576	0.358 5	1.928	98.18		
	1.000 8	1.567	0.737 0	2.304	100.0		
	1.000 0	1.570	0.737 0	2.284	96.88		
	1.000 1	1.586	1.105 5	2.676	98.60		
	1.000 9	1.586	1.105 5	2.657	96.88		
栀子苷	1.000 4	3.970	0.215 5	4.181	97.91	97.15	1.03
	1.001 0	3.982	0.215 5	4.188	95.59		
	1.000 8	3.900	0.431 0	4.316	96.52		
	1.000 0	3.921	0.431 0	4.342	97.68		
	1.000 1	3.939	0.646 5	4.575	98.38		
	1.000 9	3.906	0.646 5	4.532	96.82		
二氢杨梅素	1.000 4	3.860	0.545 0	4.380	95.41	96.78	1.43
	1.001 0	3.893	0.545 0	4.415	95.78		
	1.000 8	3.910	1.090 0	4.956	95.96		
	1.000 0	3.873	1.090 0	4.939	97.80		
	1.000 1	3.901	1.635 0	5.480	96.57		
	1.000 9	3.900	1.635 0	5.521	99.14		
花旗松素	1.000 4	0.365 0	0.651 5	1.002	97.77	96.86	1.51
	1.001 0	0.370 1	0.651 5	0.997 6	96.32		
	1.000 8	0.368 1	1.303 0	1.631	96.92		
	1.000 0	0.369 2	1.303 0	1.648	96.84		
	1.000 1	0.360 5	1.954 5	2.298	99.13		
	1.000 9	0.370 9	1.954 5	2.331	100.2		
芦丁	1.000 4	0.129 0	0.265 5	0.383 4	95.82	97.24	1.30
	1.001 0	0.127 6	0.265 5	0.391 0	99.20		
	1.000 8	0.120 8	0.531 0	0.633 4	96.53		
	1.000 0	0.129 0	0.531 0	0.651 4	98.38		
	1.000 1	0.128 4	0.796 5	0.895 7	96.33		
	1.000 9	0.126 9	0.796 5	0.901 1	97.20		
杨梅素	1.000 4	0.553 0	0.375 3	0.927 2	99.70	99.28	1.63
	1.001 0	0.546 3	0.375 3	0.908 2	96.42		
	1.000 8	0.546 8	0.750 6	1.306	101.1		
	1.000 0	0.540 0	0.750 6	1.294	100.4		
	1.000 1	0.549 0	1.125 9	1.668	99.38		
	1.000 9	0.540 2	1.125 9	1.651	98.66		
槲皮素	1.000 4	0.189 2	0.338 0	0.508 2	94.38	96.24	1.28
	1.001 0	0.186 7	0.338 0	0.512 2	96.21		
	1.000 8	0.187 0	0.676 0	0.834 8	95.83		
	1.000 0	0.180 0	0.676 0	0.833 8	96.72		
	1.000 1	0.183 2	1.014 0	1.178	98.11		
	1.000 9	0.189 0	1.014 0	1.175	97.24		

表3 样品含量测定结果(n=3,mg/g)

Tab 3 Results of content determination of samples (n=3,mg/g)							
批号	儿茶素	栀子苷	二氢杨梅素	花旗松素	芦丁	杨梅素	槲皮素
20160115	1.583	3.972	3.853	0.369 1	0.121 5	0.543 0	0.183 3
20160130	1.592	3.977	3.865	0.367 8	0.125 4	0.543 9	0.187 6
20160215	1.632	3.987	3.877	0.370 5	0.130 8	0.549 8	0.186 9
20160228	1.590	3.975	3.898	0.360 7	0.128 7	0.553 8	0.190 4
20160302	1.591	3.988	3.881	0.375 4	0.127 5	0.547 6	0.189 7
20160510	1.600	3.987	3.847	0.363 8	0.126 9	0.554 0	0.183 6
平均值	1.598	3.981	3.870	0.367 9	0.126 8	0.548 6	0.186 9
RSD,%	1.75	0.71	1.90	0.52	0.32	0.47	0.30

3.2 检测指标的选择

内蒙古民族大学许良课题组对森登-4 汤散血液中检测到的成分研究表明,芦丁、槲皮素和栀子苷等成分为该方中的抗风湿药效成分,该结论在这 3 种成分的抗炎镇痛药理作用研究中得到佐证^[10-11];二氢杨梅素、杨梅素和儿茶素具有抗炎等多种生物活性^[12-14];花旗松素有增强免疫力功效^[15]。因此,森登-4 汤散中上述 7 种成分含量的同时测定对森登-4 汤散的质量控制具有现实意义,也能对后续复方药物提取工艺优化中用多指标评价工艺提供方法依据。

3.3 色谱条件的选择

3.3.1 流动相 色谱条件考察中,笔者曾分别采用甲醇-水、甲醇-0.1%磷酸溶液、乙腈-水、乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相,并梯度洗脱。结果发现,用乙腈-0.1%磷酸溶液作流动相时,7 种待测成分的色谱峰形、分离度均良好,最终选用乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相^[16]。

3.3.2 检测波长 本研究采用 DAD 检测器对供试品溶液在 200~400 nm 波长范围内进行扫描。结果发现,儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素和槲皮素在 238 nm 波长处具有较强的紫外吸收,均能检测到良好的色谱信号,在此波长处 7 种待测成分色谱峰均无干扰峰。因此选择 238 nm 作为检测波长。

3.3.3 柱温 本试验表明,室温(25 ℃)下槲皮素的保留时间不够稳定,而柱温控制在 30 ℃时其保留时间稳定,其余 6 种成分未受柱温影响,故最终选用 30 ℃为柱温。

3.4 含量测定结果分析

森登-4 汤散中儿茶素、栀子苷、二氢杨梅素、花旗松素、芦丁、杨梅素和槲皮素的平均含量分别为 1.598、3.981、3.870、0.367 9、0.126 8、0.548 6、0.186 9 mg/g,即栀子苷含量最高,二氢杨梅素含量次之,而芦丁含量最低。森登-4 汤散中某种成分的含量高低由原药材中该成分的相对含量、组方中该药材的比例、药材来源、贮藏以及配伍之后该成分的溶出度等因素有关。6 批样品中 7 种成分含量之间无明显差异(RSD<2.0%),说明生产 6 批蒙药森登-4 汤散所用的 4 种药材质量相对稳定。

综上,本研究所建立森登-4 汤散中 7 种成分含量的测定方法专属性强、稳定、精密度和准确度良好,可用于森登-4 汤散中上述 7 种成分含量的同时测定。

参考文献

[1] 吉格木德丹金扎木苏.观者之喜[M].敖特根毕力格,段关布扎布,仁庆稍,译.赤峰:内蒙古科学技术出版社,2015:209.

[2] 布和巴特儿,奥·乌力吉.传统蒙药与方剂[M].赤峰:内蒙古科学技术出版社,2013:213.

[3] XU L, ZHANG L, LI Q, et al. Determination of geniposide in rats plasma.Application to pharmacokinetic studies of sendeng-4 decoction[J]. Chromatographia, 2006, 63(9/10):493-497.

[4] 许良,毕开顺.多元线性回归分析法在蒙药森登-4 汤谱效

近红外光谱法快速测定怀地黄中总苯乙醇苷、总环烯醚萜苷的含量^Δ

耿晓桐^{1*}, 王丰青², 苏秀红¹, 陶晓赛¹, 李雅静¹, 雷敬卫¹, 谢彩侠^{1#} (1. 河南中医药大学药学院, 郑州 450046; 2. 河南农业大学农学院, 郑州 450000)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2019)02-0225-07
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2019.02.17

摘要 目的: 建立快速测定怀地黄中总苯乙醇苷及总环烯醚萜苷含量的方法。方法: 采用紫外-可见分光光度法测定药材样品中总苯乙醇苷及总环烯醚萜苷的含量。采用近红外光谱法结合偏最小二乘法, 最佳光谱预处理方法分别为多元散射校正法联合一阶导数法、标准归一化法联合一阶导数法, 最佳光谱范围分别为 6 703.35~11 065.54 cm⁻¹、3 999.63~9 102.36 cm⁻¹, 最佳主因子数分别为 10、7, 建立药材样品中总苯乙醇苷及总环烯醚萜苷含量的定量分析模型。结果: 药材样品中总苯乙醇苷及总环烯醚萜苷含量测定方法学经验证符合要求。总苯乙醇苷、总环烯醚萜苷定量模型的校正集内部交叉验证相关系数分别为 0.998 2、0.980 9, 校正均方根偏差分别为 0.032 7、0.186 0, 预测均方根偏差分别为 0.035 5、0.035 1, 交叉验证均方根偏差分别为 0.256 9、0.574 3。总苯乙醇苷、总环烯醚萜苷含量的预测值分别为 0.268%~1.636%、3.424%~6.978%, 测定值分别为 0.299%~1.629%、3.431%~6.952%, 绝对偏差分别为 -0.042%~0.067%、-0.111%~0.088%, 相对偏差分别为 -0.819%~0.076%、-2.257%~1.672%, 预测值与测定值比较差异均无统计学意义 ($P>0.05$)。结论: 该方法快速准确、简便, 可用于不同种质怀地黄中总苯乙醇苷及总环烯醚萜苷含量的测定。

关键词 怀地黄; 近红外光谱法; 偏最小二乘法; 总苯乙醇苷; 总环烯醚萜苷; 快速测定

Rapid Determination of Total Phenylethanoid Glycosides and Total Iridoid Glycosides in *Rehmannia glutinosa* by Near Infrared Spectroscopy

GENG Xiaotong¹, WANG Fengqing², SU Xiuhong¹, TAO Xiaosai¹, LI Yajing¹, LEI Jingwei¹, XIE Caixia¹ (1. School of Pharmacy, Henan University of TCM, Zhengzhou 450046, China; 2. College of Agriculture, Henan Agricultural University, Zhengzhou 450000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for rapid determination of total phenylethanoid glycosides and total iridoid glycosides in the root of *Rehmannia glutinosa*. METHODS: The contents of total phenylethanoid glycosides and total iridoid glycosides in medicinal material samples were determined by UV spectrophotometry. Quantitative model of total phenylethanoid

关系解析中的应用[J]. 计算机与应用化学, 2008, 25 (10): 1189-1192.

[5] 李丹. 基于组学方法及 LC-MS 技术的两种蒙药 (森登-4 和丹参) 作用机制研究[D]. 通辽: 内蒙古民族大学, 2016.

[6] WANG X, LI D, JIANG M, et al. K Nearest Neighbor algorithm coupled with metabonomics to study the therapeutic mechanism of Sendeng-4 in adjuvant-induced rheumatoid arthritis rat[J]. *Evid Based Complement Alternat Med*, 2018. DOI: 10.1155/2018/2484912.

[7] 王曦烨, 李丹, 唐兴盟, 等. 基于组学方法的蒙药复方森登-4 配伍机制研究[J]. 中草药, 2016, 47(5): 736-740.

[8] 唐兴盟, 刘景林, 许良. 蒙药复方森登-4 汤现代研究若干进展[J]. 内蒙古民族大学学报 (自然科学版), 2015, 30 (5): 420-423.

[9] 赵娅, 冯慧, 周珍, 等. HPLC 法同时测定四味姜黄汤散中 7 种成分的含量[J]. 中国药房, 2018, 29(1): 29-33.

[10] 陈雁, 张现涛, 张雷红, 等. 栀子化学成分及药理作用研究进展[J]. 海峡药学, 2010, 22(12): 1-5.

[11] 杨小娟, 高晓黎. 文冠果化学成分及药理作用研究进展[J]. 西北药学杂志, 2004, 19(5): 235-237.

[12] 徐先祥. 儿茶素的药理作用研究综述[J]. 郑州轻工业学院学报 (自然科学版), 2012, 27(4): 60-64.

[13] 林国钊, 谢燕, 李国文. 杨梅素的研究进展[J]. 国际药学研究杂志, 2012, 39(6): 483-487.

[14] 侯小龙, 王文清, 施春阳, 等. 二氢杨梅素药理作用研究进展[J]. 中草药, 2015, 46(4): 603-609.

[15] 乔华, 谢望, 张晓云. 花旗松素的生物活性及其应用[J]. 中草药, 2003, 34(8): 15-17.

[16] 马开, 田萍, 张薇, 等. 青钱柳叶 HPLC 指纹图谱研究及 9 个成分定量分析[J]. 中药材, 2018, 41(8): 1904-1909.

Δ 基金项目: 河南省科技发展计划 (No. 162300410124、18210231-1156)

* 硕士研究生。研究方向: 中药质量控制。E-mail: 825630046@qq.com

通信作者: 教授, 博士。研究方向: 中药质量控制。E-mail: nan-yang.xcx@163.com

(收稿日期: 2018-04-30 修回日期: 2018-12-04)
(编辑: 余庆华)