

地榆药材中总皂苷及地榆皂苷-I 的含量测定

张学文¹, 韦 玮¹, 程 悦¹, 刘浩文¹, 陈建萍², 王冬梅¹ (1. 中山大学药学院, 广东 广州 510006; 2. 香港大学中医药学院, 香港)

摘要: **目的** 建立地榆药材总皂苷及地榆皂苷-I 含量的测定方法, 并对不同批次地榆药材中总皂苷和地榆皂苷-I 的含量进行测定。 **方法** 采用优化条件的紫外-可见分光光度法建立了地榆药材中总皂苷的含量测定方法, 采用 HPLC-ELSD 法测定地榆药材中地榆皂苷-I 的含量。 **结果** 优选出总皂苷含量测定的显色体系为香草醛-冰醋酸-高氯酸, 反应条件为 15 % 香草醛, 1.0 mL 高氯酸, 80 °C 反应 15 min, 经测定, 地榆药材中总皂苷含量为 7.25 %~8.41 %; HPLC-ELSD 法测得地榆药材中地榆皂苷-I 的含量为 5.21 %~6.18 %。 **结论** 香草醛-冰醋酸-高氯酸法以及 HPLC-ELSD 法快速、简便、准确、重现性良好, 分别适用于测定地榆药材中总皂苷和地榆皂苷-I 的含量。

关键词: 地榆; 总皂苷; 地榆皂苷-I; 香草醛-冰醋酸-高氯酸法; HPLC-ELSD; 质量控制

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1003-9783(2013)02-0186-06

doi: 10.3969/j.issn.1003-9783.2013.02.022

Determination of Total saponins and Ziyuglycoside I in *Sanguisorba officinalis* L.

ZHANG Xuewen¹, WEI Wei¹, CHENG Yue¹, LIU Haowen¹, CHEN Jianping², WANG Dongmei¹ (1. School of Pharmaceutical Sciences, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510006 Guangdong, China; 2. School of Chinese Medicine, the University of Hong Kong, Hong Kong, China)

Abstract: **Objective** To establish the quantification method for total saponins and ziyuglycoside I, and to determine their contents in different batches of *Sanguisorba officinalis* L. **Methods** The ultraviolet-visible spectrophotometer was optimized for the determination of total saponins, and HPLC-ELSD was employed for the determination of ziyuglycoside I in *S. officinalis*, respectively. **Results** The coloration system for the determination of total saponins was vanillin-acetic acid-perchloric acid. The condition of coloration was 15 % vanillin, 1 mL perchloric acid, 80 °C water bathed for 15 min, and the detection wavelength was 549 nm. In seven batches of commercial crude drugs of *S. officinalis*, the contents of total saponins were measured as 7.25%~8.41 %, and the contents of Ziyu-glycoside I were 5.21 %~6.18 %. **Conclusion** The developed methods are simple, rapid, accurate, stable, and reproducible with high selectivity, and are suitable for the determination of total saponins and ziyuglycoside I in the quality control of *S. officinalis*, respectively.

Keywords: *Sanguisorba officinalis* L.; Total saponins; Ziyuglycoside I; Vanillin-acetic acid-perchloric acid method; HPLC-ELSD; Quality control

地榆为蔷薇科地榆属植物地榆 *Sanguisorba officinalis* L. 或长叶地榆 *Sanguisorba officinalis* L. var. *longifolia* (Bert.) Yü et Li 的干燥根, 性微寒、味苦, 归肝、大肠经, 具有凉血止血、解毒敛疮的作用^[1]。主

要含有鞣质酚酸类、三萜及其苷类和黄酮类化合物。地榆中分离得到的三萜及其苷类化合物, 大多数为乌苏烷型五环三萜及其苷类化合物, 以地榆皂苷-I (结构式见图 1) 为主要代表成分; 其次为齐墩果烷型

收稿日期: 2012-10-18

作者简介: 张学文, 男, 本科生, 研究方向: 中药分析与质量标准化。Email: zhuxuewen@126.com。通讯作者: 王冬梅, 副教授, 硕士生导师, 研究方向: 天然药物化学与中草药质量标准化。Email: lsswdm@mail.sysu.edu.cn。

基金项目: 中山大学医科学生业余科研基金项目([2010]28 号)。

五环三萜及其苷类化合物^[2]。现代药理学研究表明,地榆中的皂苷类成分具有抗肿瘤和美容护肤的作用^[3-4],地榆皂苷-I既可以防止胶原纤维的降解,又能有效促进I型胶原蛋白的生成,减少皮肤皱纹,有望被开发成为新一代的美容护肤品。因此,对地榆中皂苷类成分的含量测定具有重要意义。但地榆总皂苷的含量测定方法尚未见文献报道。现有研究主要为薄层扫描法(TLC)^[5]、高效液相色谱-紫外检测法(HPLC-UV)^[6],相对于TLC法,HPLC法具有化合物分离效率高、重现性、精密度好的优势。由于地榆皂苷类化学成分在紫外区只有末端吸收,紫外检测存在着灵敏度低、干扰因素大的缺点,蒸发光散射检测器(ELSD)在许多中药皂苷类成分的定量分析中都表现出了其独特的优势^[7-8]。

本文通过比较各种总皂苷含量测定方法,优选出香草醛-高氯酸显色体系,优化该体系的反应条件,用分光光度法,以地榆皂苷-I为对照品,建立了适用于地榆中总皂苷含量测定的方法,同时采用HPLC-ELSD法建立了药材中地榆皂苷-I的含量测定方法,为完善地榆药材质量标准提供重要参考。

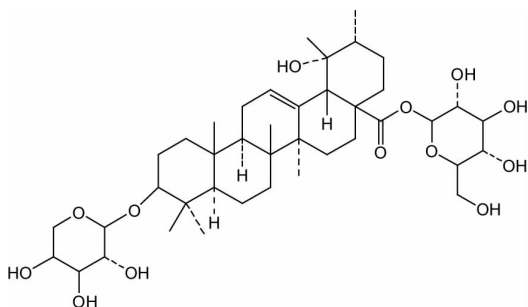


图1 地榆皂苷-I的结构式

Figure 1 The structure of Ziyu-glycoside I

1 仪器与试药

TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器责任有限公司); HPLC 色谱仪: LC-20 AB 泵、SIL-20 A 自动进样器(日本岛津公司); Alltech Grace ELSD 3300 型检测器; AG285 型分析天平(0.1 mg/0.01 mg, Mettler Toledo, 瑞士), Diamonsil C₁₈ 色谱柱(250 × 4.6 mm, 5 μm, 美国迪马公司), Millipore 超纯水系统; 乙腈为色谱纯(美国 Sigma 公司); 水为超纯水(Millipore 超纯水系统); 其他试剂均为分析纯。

市售地榆药材 6 批(购自香港大学中医药学院中药房和广州清平药材市场, 批号分别为广东 2010 0115、广东 20100122、广西 20100211、广西 2010

0222、湖南 20100301、湖南 20100322); 经中山大学药学院生药学与天然药化实验室杨得坡教授鉴定为蔷薇科(Rosaceae)地榆属植物地榆 *Sanguisorba officinalis* L. 的干燥根; 地榆对照药材(中国药品生物制品检定所, 批号: 121286-200402); 地榆皂苷-I (纯度 > 98 %, 成都康邦生物技术有限公司)。

2 方法与结果

2.1 地榆中总皂苷测定条件的优化及总皂苷含量测定

2.1.1 对照品储备液的配制 精密称取 3.7 mg 地榆皂苷-I 于 5 mL 容量瓶中, 加入冰醋酸溶解并定容, 摇匀, 制得浓度为 0.74 mg/mL 的对照品储备液。

2.1.2 供试品溶液的配制 精密称取 40 mg 地榆药材粉末, 加入 25 mL 甲醇, 超声提取 30 min, 将滤液浓缩至干后, 30 % 的氨试液 15 mL 溶解, 转移至分液漏斗中, 加入 15 mL 水饱和正丁醇, 充分振摇, 静置, 分层, 重复正丁醇萃取操作 1 次。合并 2 次萃取液于烧瓶中, 减压浓缩至干。残渣用适量冰醋酸超声溶解, 并转移到 10 mL 容量瓶中, 加冰醋酸定容至刻度, 得供试品溶液。

2.1.3 显色体系与测量波长的选择 总皂苷含量测定的显色体系有以下 5 种: 香草醛-冰醋酸-高氯酸、甲醇-浓硫酸^[9]、香草醛-冰醋酸-硫酸^[10]、高氯酸^[11]、香草醛-乙醇-浓硫酸^[12]。对每种显色系统反应后进行了紫外光谱扫描, 结果显示, 香草醛-冰醋酸-高氯酸体系可以使总皂苷显色后生成产物的 λ_{max} 与鞣质的 λ_{max} 分开, 避免了鞣质对测定结果的影响, 为最佳的显色体系。

精密吸取地榆皂苷-I 对照品溶液 0.5 mL, 加入 15 % 香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL, 高氯酸 0.8 mL, 在 70 °C 水浴中分别加热 10 min, 冰水浴中冷却 5 min, 加入 5 mL 冰醋酸稀释, 在 200 ~ 800 nm 范围内的进行光谱扫描(以相应溶剂为空白对照), 结果显示, 测定波长以 549 nm 为宜, 见图 2。

2.1.4 反应条件的优化

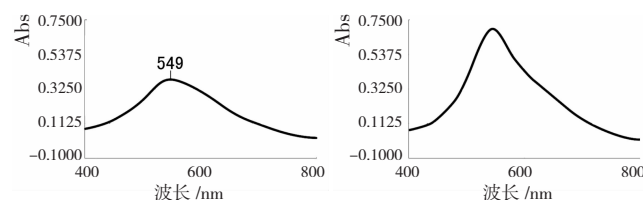


图2 地榆皂苷-I 和地榆药材显色后的紫外可见吸收光谱图

Figure 2 UV-Visible absorption spectrum of ziyuglycoside I and *Sanguisorba officinalis* L. after coloration

2.1.4.1 香草醛浓度的考察 分别配制 5 %、10 %、15 %、20 %、25 %、30 % 的香草醛 - 冰醋酸溶液。精密吸取 0.5 mL 地榆药材供试品溶液于 6 支试管中, 分别加入 5 %、10 %、15 %、20 %、25 %、30 % 的香草醛 - 冰醋酸溶液 0.2 mL, 再加入 0.8 mL 高氯酸, 在 70 °C 水浴下加热 15 min, 冰水浴中冷却 5 min, 加入 5 mL 冰醋酸稀释后, 在波长 549 nm 处测定吸光度 $OD_{549\text{ nm}}$, 平行操作 2 次。

结果如图 3 所示, $OD_{549\text{ nm}}$ 随着香草醛浓度的增大, 先上升, 后下降, 当香草醛在冰醋酸中的浓度为 15 % 的时候, $OD_{549\text{ nm}}$ 出现最大值。因此, 优选香草醛浓度为 15 %。

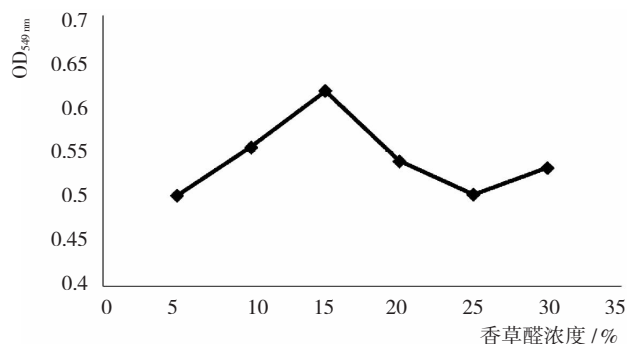


图 3 香草醛浓度对总皂苷含量测定的影响

Figure 3 Effect of vanillin concentration on the determination of content of total saponins

2.1.4.2 高氯酸用量的考察 精密吸取 0.5 mL 地榆药材供试品溶液于 6 支试管中, 加入 15 % 香草醛 - 冰醋酸溶液 0.2 mL, 再分别加入 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.2, 1.4 mL 高氯酸, 摇匀, 70 °C 水浴下加热 15 min, 冰水浴中冷却 5 min, 分别加入 5.6, 5.4, 5.2, 5.0, 4.6, 4.4 mL 冰醋酸稀释后, 测定吸光度 $OD_{549\text{ nm}}$, 平行操作 2 次。

结果如图 4 所示, 随着高氯酸用量的增加, $OD_{549\text{ nm}}$ 逐渐升高, 当高氯酸达到 1.0 mL 后 $OD_{549\text{ nm}}$ 逐渐趋于稳定。因此, 选择 1.0 mL 高氯酸作为优化后的反应条件。

2.1.4.3 反应温度的考察 精密吸取 0.5 mL 地榆药材供试品溶液于 7 支试管中, 加入 0.2 mL 15 % 香草醛 - 冰醋酸溶液, 再加入 1.0 mL 高氯酸, 摇匀, 分别在 25 °C、40 °C、50 °C、60 °C、70 °C、80 °C、95 °C 水浴中加热 15 min, 冰水浴中冷却 5 min, 加入 4.8 mL 冰醋酸稀释后, 在波长 549 nm 处测定吸光度 $OD_{549\text{ nm}}$ 值, 平行操作 2 次。

结果如图 5 所示, 随着反应温度的升高, $OD_{549\text{ nm}}$ 逐渐升高, 当温度达到 50 °C 和 70 °C 时, $OD_{549\text{ nm}}$ 出

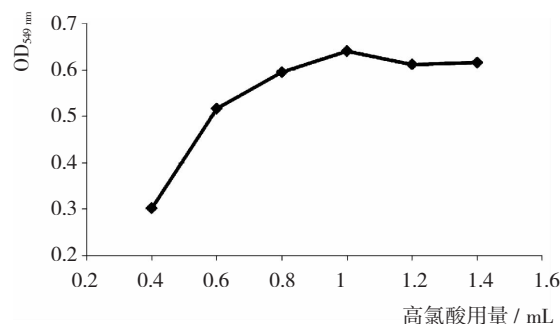


图 4 高氯酸用量对总皂苷含量测定的影响

Figure 4 Effect of perchloric acid concentration on the determination of content of total saponins

现了上升过程中的拐点。因文献中皂苷含量测定的反应温度一般在 60 °C 以上, 50 °C 反应可能未进行完全, 反应温度为 95 °C 的时候, 空白对照试管的颜色已经变深, 说明高温会导致空白对照试液的氧化。为防止反应体系在温度过高时发生副反应, 同时兼顾 $OD_{549\text{ nm}}$ 最大, 所以, 选择 80 °C 作为优化后的反应条件。

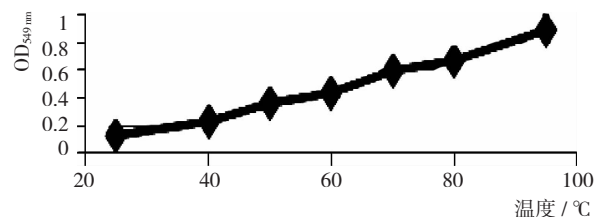


图 5 温度对总皂苷含量测定的影响

Figure 5 Effect of temperature on the determination of content of total saponins

2.1.4.4 反应时间的考察 精密吸取 0.5 mL 地榆药材供试品溶液于 6 支试管中, 加入 15 % 香草醛 - 冰醋酸溶液 0.2 mL, 再加入 1.0 mL 高氯酸, 摇匀, 70 °C 水浴中, 分别加热 5, 10, 15, 20, 40, 60 min, 冰水浴中冷却 5 min, 加入 4.8 mL 冰醋酸稀释后, 在波长 549 nm 处测定吸光度 $OD_{549\text{ nm}}$, 平行操作 2 次。

结果如图 6 所示, 随着反应时间的延长, $OD_{549\text{ nm}}$ 逐渐升高。反应时间在 15 ~ 40 min, $OD_{549\text{ nm}}$ 变化平缓, 处于平台期, 反应时间大于 40 min 后, $OD_{549\text{ nm}}$ 突然剧烈增高。由于高氯酸的存在, 较长的反应时间会使得溶液中发生氧化等副反应, 干扰试验结果。而在平台期中, $OD_{549\text{ nm}}$ 差异不大, 再从节省能源, 提高效率的角度, 选择 15 min 作为优化后的反应条件。

综上所述, 经单因素考察各显色反应条件, 确定地榆药材中总皂苷含量测定的优选反应条件: 测定波长为 549 nm, 香草醛浓度为 15 %, 高氯酸含量为

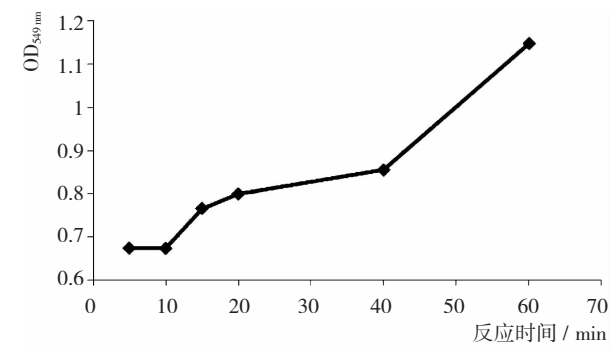


图 6 反应时间对总皂苷含量测定的影响
Figure 6 Effect of reaction time on the determination of content of total saponins

1.0 mL，反应温度为 80 ℃，反应时间为 15 min。

2.1.5 方法学考察

2.1.5.1 标准曲线的建立 精密吸取地榆皂苷 - I 对照品储备液 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6 mL 分别置于 1 mL 容量瓶中，加入冰醋酸稀释定容至刻度，摇匀，备用，得到浓度为 148, 222, 259, 370, 444 μg/mL 的地榆皂苷 - I 对照品溶液。

分别精密吸取上述各浓度对照品溶液 0.5 mL，按照 2.1.4 项下优化后的反应条件测定 OD_{549 nm}，以对照品溶液的浓度(X, μg/mL)为横坐标，对照品吸光度值 OD_{549 nm}(Y)为纵坐标，进行回归分析，得回归方程： $Y = 0.002X - 0.0473$ ， $r = 0.9973$ 。结果表明，对照品溶液在 148~444 μg/mL 浓度范围内线性良好。

2.1.5.2 精密度试验 精密吸取 148 μg/mL 地榆皂苷 - I 对照品溶液 0.5 mL，按照 2.1.4 项下优化后的反应条件测定，连续测定 6 次 OD_{549 nm}，RSD 为 0.29%，表明仪器精密度良好。

2.1.5.3 重复性试验 精密称取 40 mg 地榆药材 6 份，按照 2.1.2 项下制备供试品溶液，按照 2.1.4 项下优化后的反应条件测定 OD_{549 nm}，RSD 为 2.28%，表明该方法重复性良好。

2.1.5.4 稳定性试验 精密称取 40 mg 地榆药材，批号：广西 20100222，按照 2.1.2 项下制备供试品溶液，同一供试品溶液分别于第 0, 1, 2, 4, 8 h 按照 2.1.4 项下优化后的反应条件测定 OD_{549 nm}，在配制好的地榆药材样品液后的 4 h 内，样品平均吸光度值为 0.5061，RSD 为 1.48%，8 h 后吸光值明显降低，表明样品溶液在 4 h 内稳定性良好。

2.1.5.5 加样回收率试验 称取同批次已知皂苷含量的地榆药材 9 份，每份约 15 mg。按照 2.1.2 项下制备供试品溶液，根据供试品溶液中总皂苷的平均含量，精密加入不同浓度的地榆皂苷 - I 标准品溶液，

制备 3 个不同浓度的供试品溶液，每个浓度平行 3 份。

精密吸取每份样品液各 0.5 mL，按 2.1.4 项下优化后的反应条件测定 OD_{549 nm}，以随行溶剂作为空白对照，结果如表 1 所示，地榆皂苷 - I 的加样回收率为 100.90%，RSD 值为 1.31%，表明该方法的准确度良好。

表 1 加样回收率(n=9)
Table 1 Results of recovery test(n=9)

浓度 /%	取样量 /mg	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	均值 /%	RSD /%
120	15.00	1.09	1.31	2.43	102.57	100.90	1.31
	15.34	1.11	1.33	2.44	99.35		
	14.64	1.06	1.27	2.35	100.78		
100	14.92	1.08	1.08	2.21	104.68		
	14.98	1.09	1.09	2.17	99.53		
	15.42	1.12	1.12	2.22	98.58		
80	15.29	1.11	0.89	1.99	99.17		
	15.71	1.14	0.91	2.05	100.07		
	15.68	1.14	0.91	2.03	98.10		

2.1.6 地榆药材中总皂苷含量的测定 分别测定了 6 个批次市售地榆药材和对照药材的总皂苷含量，结果见表 2。7 批药材的总皂苷含量为 7.25%~8.41%，在不同批次药材中总皂苷含量存在一定的差异。

表 2 地榆药材的总皂苷含量
Table 2 The content of total saponins in *Sanguisorba officinalis* L.

序号	批号	总皂苷含量 /%
1	广东 20100115	8.41 ± 0.06
2	广东 20100122	7.71 ± 0.13
3	湖南 20100301	7.83 ± 0.27
4	湖南 20100322	7.75 ± 0.09
5	广西 20100211	7.67 ± 0.08
6	广西 20100222	7.25 ± 0.15
7	对照药材	8.36 ± 0.17

2.2 地榆药材中地榆皂苷-I 的含量测定

2.2.1 对照品溶液的配制 精密称取地榆皂苷 - I 对照品 10.05 mg 于 5 mL 容量瓶中，加入甲醇溶解并定容至刻度，摇匀，0.45 μm 的微孔滤膜过滤，制得浓度为 2.01 mg/mL 的对照品储备液。

2.2.2 供试品溶液的配制 精密称定地榆药材粉末 100 mg，加入 8 mL 甲醇，超声 30 min，滤过，再用甲醇定容至 10 mL，0.45 μm 的微孔滤膜过滤后，备用。

2.2.3 HPLC-ELSD 分析条件 以乙腈-0.2% 甲酸水溶液(40:60)为流动相，流速：1 mL/min；进样体积：10 μL；蒸发光散射器的漂移管温度 40 ℃，氮气流速：1.5 L/min，增益 2。在该分析条件下，供试

品中地榆皂苷-I 与其他组分的色谱峰分离良好, 地榆皂苷-I 色谱峰理论塔板数大于 5000, 结果见图 8。

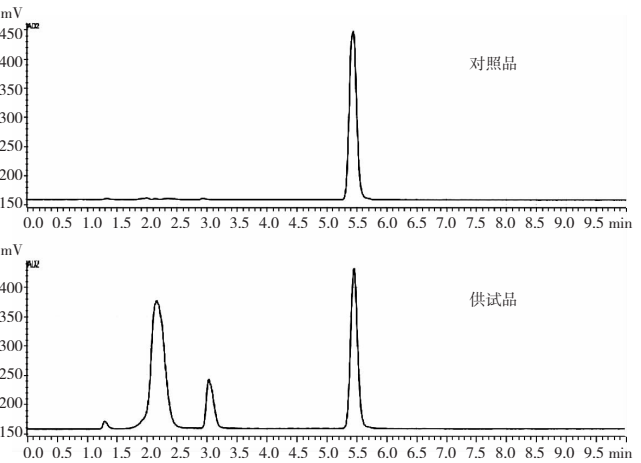


图 8 地榆皂苷-I 对照品及供试品的 HPLC-ELSD 色谱图
Figure 8 HPLC-ELSD results for *Sanguisorba officinalis* L and ziyuglycoside I

2.2.4 含量测定的方法学考察

2.2.4.1 标准曲线的绘制 精密移取适量对照品储备液, 于 5 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 配制浓度为 50.25, 201, 402, 603, 804 $\mu\text{g/mL}$ 的系列对照品溶液。按照 2.2.3 项下操作条件进行分析, 以峰面积的自然对数 $\ln A$ 为纵坐标, 对照品溶液浓度的自然对数 $\ln C(\mu\text{g/mL})$ 为横坐标进行线性回归分析, 得回归方程 $\ln A=1.3679\ln C-7.0981$, $r=0.9991$, 表明地榆皂苷-I 在浓度 50.25~804 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好。

2.2.4.2 精密度试验 在 2.2.3 色谱条件下, 将地榆皂苷-I 对照品溶液重复进样 6 次, 测得地榆皂苷-I 峰面积的 RSD 为 1.67 %, 表明仪器精密度良好。

2.2.4.3 重复性试验 分别精密称取 6 份同一批次的地榆药材粉末各 100 mg, 按照 2.2.2 项下制备供试品溶液, 依法进行测定, 测得药材中地榆皂苷-I 的含量均值为 59.7 mg/g, RSD 为 1.11 %, 显示该方法具有良好的重复性。

2.2.4.4 稳定性试验 取同一地榆药材供试品溶液, 分别于 0, 1, 2, 4, 8, 12, 24 h 按照 2.2.3 项下色谱条件进行分析, 测得供试品溶液中地榆皂苷-I 峰面积的 RSD 为 0.62 %, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.2.4.5 加样回收率试验 精密称取已知含量的地榆药材粉末 9 份, 每份约 5 mg, 分别精密加入不同量的地榆皂苷-I 对照品溶液, 制备 3 个不同浓度的样品, 每个浓度平行测定 3 份, 按照 2.2.2 项下制备供

试品溶液, 依法进行测定, 结果地榆皂苷-I 的平均加样回收率为 103.07 %, RSD 为 1.60 %, 表明该方法的准确度良好, 见表 3。

表3 HPLC-ELSD 法测定地榆皂苷-I 的加样回收率(n=9)
Table 3 Recovery test of ziyuglycoside I by HPLC-ELSD method

浓度 /%	取样量 /mg	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得总量 /mg	回收率 /%	回收率均值 /%	RSD/%
120	4.85	0.2895	0.3597	0.6488	99.89	103.07	1.60
	4.96	0.2961	0.3678	0.6667	100.76		
	5.16	0.3081	0.3827	0.7081	104.52		
100	5.09	0.3039	0.3146	0.6288	103.27	103.27	104.30
	5.04	0.3009	0.3115	0.6258	103.04		
	4.85	0.2895	0.2997	0.5983	103.04		
80	5.08	0.3033	0.2512	0.5634	103.54	103.54	103.93
	5.09	0.3039	0.2516	0.5654	103.93		
	5.11	0.3051	0.2526	0.5688	104.39		

2.2.5 地榆药材中地榆皂苷-I 的含量测定 分别对来自不同产地 6 个批次的地榆药材以及对照药材中地榆皂苷-I 的含量进行了测定, 每个样品平行测定 3 次, 结果见表 4。

表 4 不同批次地榆药材中地榆皂苷-I 的含量
Table 4 Contents of ziyuglycoside I in *Sanguisorba officinalis* L. produced in different areas

药材	地榆皂苷-I 含量 /%	地榆皂苷-I 占总皂苷的百分比 /%
广东 20100115	5.94 $\pm$ 0.06	59.93
广东 20100122	6.18 $\pm$ 0.06	80.16
湖南 20100301	5.77 $\pm$ 0.03	73.69
湖南 20100322	5.76 $\pm$ 0.07	74.32
广西 20100211	5.31 $\pm$ 0.14	69.23
广西 20100222	5.97 $\pm$ 0.04	82.34
对照药材	5.21 $\pm$ 0.15	62.32

从表 4 可知, 7 份地榆药材中地榆皂苷-I 的含量介于 5.21 % ~ 6.18 % 之间, 其中, 广东药材中地榆皂苷-I 的平均含量相对较高, 而对照药材中地榆皂苷-I 的含量是本次研究的 7 份药材中最低的, 各药材中地榆皂苷-I 占总皂苷的含量在 59.93 % ~ 82.34 % 之间。

3 讨论

本文通过考察比较地榆药材和地榆皂苷-I 对照品在不同显色体系中产物的紫外吸收光谱特征, 优选出对地榆总皂苷选择性较好的香草醛-冰醋酸-高氯酸作为显色体系, 测量波长为 549 nm。通过对该体系下反应条件的优化, 得到的优选反应条件为 15 % 香草醛, 1.0 mL 高氯酸, 80 $^{\circ}\text{C}$ 反应 15 min。对 7 批地榆药材中的总皂苷含量进行测定, 总皂苷含量

在 7.25 % ~ 8.41 % 之间。结果显示,即使是同一地区,不同批次的地榆药材中总皂苷含量均有一定的差异,其原因可能与生长环境、采收时间、干燥过程、贮藏条件等系列因素有关。

对地榆皂苷-I 含量测定的样品前处理方法中,我们考察了甲醇、乙醇、丙酮和水共 5 种不同的提取溶剂,结果显示甲醇作为提取溶剂,地榆皂苷-I 的提取率最高。通过方法学考察,结果显示所建立的 HPLC-ELSD 法测定地榆皂苷-I 含量的方法,其线性、精密度、重复性、稳定性和加样回收率都符合规定要求,且该方法样品前处理简单快速,是一种便捷、高效、准确的测定地榆药材中地榆皂苷-I 含量的方法。对来自 3 个不同地区的 6 份药材以及对照药材进行含量测定,结果显示,药材中地榆皂苷-I 的含量为 5.21 % ~ 6.18 %,约占总皂苷含量的 59.93 % ~ 82.34 %,确证了地榆皂苷-I 是地榆药材中最主要的皂苷类成分。本研究为地榆药材质量标准的完善提供了重要参考。

参考文献:

[1] 李时珍. 本草纲目[M]. 重庆: 重庆出版社, 2006: 185.

- [2] 于蓓蓓, 钟方晓, 董学. 地榆化学成分研究进展[J]. 中国中医药信息杂志, 2009, 16: 103.
- [3] 秦三海, 李坤, 周玲, 等. 地榆总皂苷抗肿瘤的实验研究 [J]. 山东医药, 2010, 50(15): 24.
- [4] Young HK, Chan BC, Jin GK, et al. Anti-wrinkle activity of ziyuglycoside I isolated from a *Sanguisorba officinalis* root extract and its application as a cosmeceutical ingredient[J]. Biosci Biotechnol Biochem, 2008, 72(2): 303.
- [5] 曹爱民, 张东方, 沙明, 等. 地榆中皂苷类化合物分离、鉴定及其含量测定[J]. 中草药, 2003, 34(5): 397.
- [6] 张东方, 袁长季, 祝峥, 等. HPLC 法测定不同地区地榆中地榆皂苷-I 的含量[J]. 云南中医学院学报, 2009, 32(1): 37.
- [7] 沙东旭, 刘兆妍, 张满来, 等. HPLC-ELSD 测定知母中知母皂苷 B II 的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(12): 2106.
- [8] 丁锐, 狄天云, 王刚力, 等. HPLC-ELSD 法测定短葶山麦冬中短葶山麦冬皂苷 C 的含量[J]. 药物分析杂志, 2011, 31(1): 127.
- [9] 郭秋平, 李庆国, 高英, 等. 不同显色方法对知母总皂苷含量测定的影响[J]. 辽宁中医杂志, 2008, 35(6): 904.
- [10] 徐新刚, 闫雪生, 张晶. 柏子仁生品及霜品中总皂苷的含量测定 [J]. 中国中药杂志, 2009, 34(7): 833-835.
- [11] 熊山, 陈玉武, 叶祖光. 枳实子中总皂苷含量测定[J]. 中国现代中药, 2009, 11(7): 26.
- [12] 杨燕军, 邓永燕, 赵南, 等. 枫香榭寄生总皂苷提取工艺研究及含量测定[J]. 广州中医药大学学报, 2007, 24(1): 62.

(编辑: 宋威)

GC 法测定蛇脂膏中冰片(龙脑)的含量

张仲敏¹, 黄国鑫¹, 易宇阳¹, 石书江¹, 冯学轩¹, 苏子仁¹, 曾惠芳² (1. 广州中医药大学, 广东 广州 510006; 2. 广州中医药大学第一附属医院, 广东 广州 510405)

摘要: **目的** 建立气相色谱法(GC)测定蛇脂膏中冰片(以龙脑计)的含量。**方法** 采用 GC 法, 色谱柱为石英毛细管柱 007-225 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 程序升温, 起始温度 110 ℃, 保持 0.5 min, 以每分钟 30 ℃升温至 140 ℃, 保持 2 min, 再以每分钟 50 ℃升温至 190 ℃, 保持 1.5 min, 最后以每分钟 20 ℃升温至 205 ℃, 保持 1 min, 分流比 10:1, FID 检测器; 检测器温度为 280 ℃。**结果** 用 GC 法测定蛇脂膏中冰片(以龙脑计)在 0.0516~0.1548 mg/mL 范围内呈良好的线性关系, 线性方程为: $Y=10.36X+0.0322$, $r=0.9995$ 。平均回收率 97.94 % ($n=6$), RSD 为 2.0 %。**结论** 本方法简便、准确、快速, 可用于蛇脂膏的质量控制。

关键词: 蛇脂膏; 冰片; 气相色谱

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1003-9783(2013)02-0191-03

doi: 10.3969/j.issn.1003-9783.2013.02.023

GC Method for Determination of Content of Borneol in Shezhi Ointment

ZHANG Zhongmin¹, HUANG Guoxin¹, YI Yuyang¹, SHI Shujiang¹, FENG Xuexuan¹, SU Ziren¹, ZENG Huifang² (1. Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006 Guangdong, China; 2. The First Affiliated Hos-

收稿日期: 2012-10-29

作者简介: 张仲敏, 女, 硕士研究生, 研究方向: 中药新产品开发。Email: asweetheart@foxmail.com。