参考文献：

[1] 肖培根. 新编中药志[M]. 北京：化学工业出版社，2002：521.

[2] 李军，徐国钧，徐珞珊，等. 中药首乌类的研究—Ⅱ. 原植物调查和商品鉴定[J]. 中草药，1995，26(1)：33.

[3] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京：人民卫生出版社，1997：178.

[4] 印敏，冯煦，董云发，等. 白首乌化学成分与药理活性研究进展[J]. 中国野生植物资源，2004，23(2)：8.

[5] 张宁，闫滨，徐星航，等. 不同来源白首乌 rDNA ITS 序列分析[J]. 中国中药杂志，2010，35(12)：1537.

[6] 王冬艳，张洪泉. 江苏地产药白首乌的研究现状及进展[J]. 中国野生植物资源，2005，24(4)：13.

[7] 刘政波. 三种鹅绒藤属植物中苯乙酮类化合物的高速逆流色谱法分离(白首乌、牛皮消、徐长卿)[D]. 泰安：山东农业大学，2009.

（编辑：宋威）

洋参养胃颗粒的质量标准研究

梁锦杰，李苑新，朱盛山，黄娟萍，柴金珍，吴燕红(广东药学院中药开发研究所，广东 广州 510006)

摘要：目的　建立洋参养胃颗粒的质量控制标准。**方法**　采用薄层色谱法对洋参养胃颗粒中的西洋参进行定性鉴别，采用高效液相色谱法对颗粒中西洋参人参皂苷 Rg_1、人参皂苷 Re 和人参皂苷 Rb_1 进行含量测定。**结果**　建立洋参养胃颗粒中的西洋参薄层色谱鉴别方法，薄层斑点清晰，分离效果较好；人参皂苷 Rg_1 进样量在 0.1~2.0 μg(r=0.9998)，人参皂苷 Re 进样量在 0.4~8.0 μg(r=0.9996)，人参皂苷 Rb_1 进样量在 1.0~20.0 μg(r=0.9998)范围内，呈良好的线性关系，总皂苷的平均回收率为 98.77 %，RSD 为 0.52 %。**结论**　本实验所建立的定性定量方法简便、准确，重复性好，可用于洋参养胃颗粒的质量控制。

关键词：洋参养胃颗粒；薄层色谱法；高效液相色谱法；质量标准

中图分类号：R284.1　　**文献标志码：**A　　**文章编号：**1003-9783(2013)05-0500-04

doi：10.3969/j.issn.1003-9783.2013.05.019

Study on Quality Standard of *Yangshen Yangwei* Granula

LIANG Jinjie，LI Yuanxin，ZHU Shengshan，HUANG Juanping，CHAI Jinzhen，WU Yanhong(Research & Development Institute of Chinese Materia Medica，Guangdong College of Pharmacology，Guangzhou 510006 Guangdong，China)

Abstract：Objective　To establish the quality standard of *Yangshen Yangwei* granula. **Methods**　Radix Panacis Quinquefolii was identified by thin layer chromatography(TLC). The contents of Ginseng saponins in the *Yangshen Yangwei* granula were determined by high performance liquid chromatography(HPLC). **Results**　Radix Panacis Quinquefolii could be identified by TLC，and TLC spots were clear without interference of the negative control. Ginsenoside Rg_1 was linear in the range of 0.1~2.0 μg (r=0.9998)，ginsenoside Re was linear in the range of 0.4~8.0 μg (r=0.9996)，ginsenoside Rb_1 was linear in the range of 1.0~20.0 μg (r=0.9998)，and the average recovery of ginseng saponins was 98.77 % with RSD being 0.52 %. **Conclusion**　The established methods are simple，accurate，sensitive，reproducible，and can be used for quality control of the *Yangshen Yangwei* granula.

Keywords：*Yangshen Yangwei* granula；Thin layer chromatography；High performance liquid chromatography；Quality standard

洋参养胃颗粒是由西洋参、玉竹、山楂等 5 味中药组成的制剂，具有扶正固本、滋阴清热、生津养胃、行气消滞等功效，兼能防癌变、抗肿瘤。主治萎缩性胃炎、慢性胃炎、胃癌等。本品对中医辨证属胃阴不足者尤为适宜，临床用于胃脘胀痛伴灼热感、口干而苦、食少纳差、形体消瘦等。西洋参功效明

收稿日期：2013-04-12

作者简介：梁锦杰，男，硕士研究生，研究方向：中药制剂的研究与开发。Email：631955460@qq.com。通讯作者：吴燕红，高级工程师，研究方向：中药新药的研究与开发。Email：876482143@qq.com。

显[1-3]，为了有效控制产品的质量，本实验对处方中的西洋参进行了薄层色谱定性鉴别，采用高效液相色谱法对西洋参中的人参皂苷 Rg_1、人参皂苷 Re 和人参皂苷 Rb_1 进行含量测定研究，为评价和控制该制剂的质量提供科学依据。

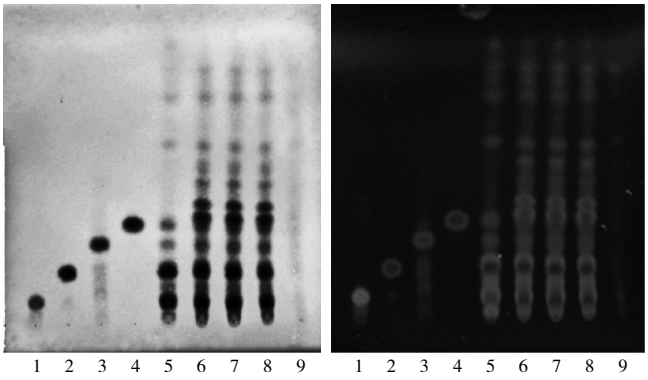
1 仪器与试药

1.1 仪器 CAMAG REPROSTAR3 薄层色谱扫描影像系统(瑞士卡玛公司)； Agilent 1100 型高效液相色谱仪(G1311A 四元泵、G1313A 自动进样器、G1314A-VWD 检测器)，安捷伦科技有限公司；HH-4 型数显恒温水浴锅，常州澳华仪器有限公司；BS124S 电子天平，北京赛多利斯仪器系统有限公司。

1.2 药品与试剂 拟人参皂苷 F_{11}、人参皂苷 Rg_1、Re、Rb_1 对照品，中国药品生物制品检定所，批号分别为：110841-200404，110703-201027，110754-200822，110703-201122；西洋参对照药材，中国药品生物制品检定所，批号：120997-200608；洋参养胃颗粒（批号：20120301， 20120303，20120305）、洋参养胃颗粒阴性颗粒(批号：20120310)，广东药学院中药开发研究所提供；薄层硅胶板，青岛海洋化工厂；正丁醇、无水乙醇和甲醇均为分析纯；乙腈为色谱纯；水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别 取 3 批样品各 1 g，研细，加入甲醇 20 mL，加热回流 1 h，放冷，将提取液定量转移至 25 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。离心，取上清液 15 mL，置水浴上蒸干，残渣加乙醇 1 mL 使溶解，作为供试品溶液。再按处方比例，取缺西洋参的其他各味药，按制备工艺加工制成阴性样品，依照供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。另取西洋参对照药材 1 g，同法制成对照药材溶液。取拟人参皂苷 F_{11} 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg_1 对照品，加甲醇制成每 1 mL 含对照品各 2 mg 的溶液，作为对照品溶液。吸取上述对照品溶液、供试品溶液各 2 μL，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以醋酸乙酯 - 甲醇 - 氯仿 - 水（40∶22∶15∶10)10 ℃以下放置分层的下层溶液为展开剂，展开、取出、晾干，喷以 10 %硫酸乙醇溶液，在 105 ℃加热至斑点显色清晰。分别置于日光和紫外光灯(366 nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点，见图 1。



A. 日光 B. 紫外光灯

1. 人参皂苷 Rb_1 对照品；2. 人参皂苷 Re 对照品；3. 人参皂苷 Rg_1 对照品；4. 拟人参皂苷 F_{11} 对照品；5. 西洋参对照药材溶液；6~8. 三批供试品溶液；9. 阴性溶液。

图 1 洋参养胃颗粒中西洋参日光(A)和紫外光灯(B)的薄层色谱图

Figure 1 TLC chromatogram of *Yangshen Yangwei* granula

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱：Kromasil 100-5 C_{18}(250 mm × 4.6 mm，5 μm)；流动相：乙腈 - 水；梯度洗脱：0~25 min，19 %~20 %乙腈；25~60 min，20 %~39 %乙腈；60~90 min，39 %~55 %；90~100 min，55 %~60 %乙腈；流速：1.0 mL·min^{-1}，检测波长：203 nm；柱温：20 ℃；进样量：10 μL。理论塔板数按人参皂苷 Rb_1 峰计算不低于 5000。在该色谱条件下，人参皂苷 Rg_1，Re，Rb_1 能够达到基线分离，其他成分对测定无干扰，见图 2~ 图 4。

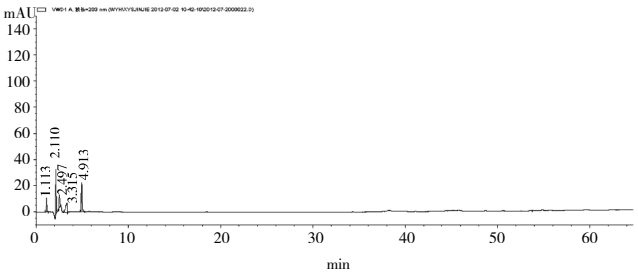


图 2 阴性样品的 HPLC 图谱

Figure 2 HPLC chromatograms of negative sample

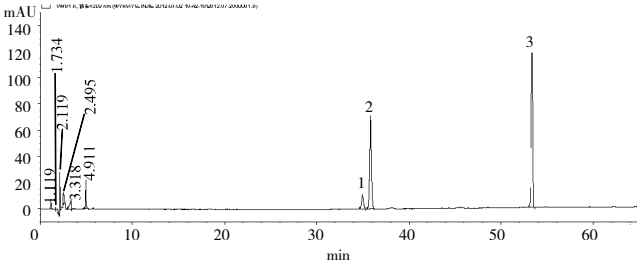


图 3 对照品的HPLC 图谱(1. Rg_1；2. Re；3. Rb_1)

Figure 3 HPLC chromatograms of reference substance

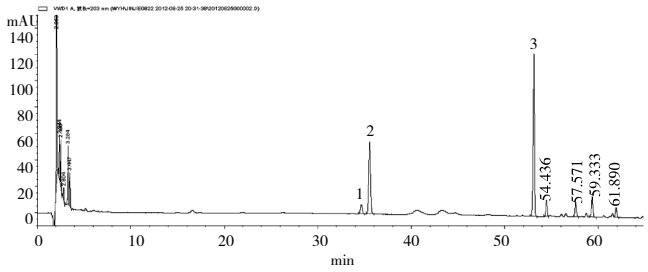


图 4　供试品的 HPLC 图谱(1. Rg_1；2. Re；3. Rb_1)

Figure 4　HPLC chromatograms of sample

2.2.2 对照品溶液的制备　取人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含人参皂苷 Rg_1 0.128 mg、人参皂苷 Re 0.408 mg、人参皂苷 Rb_1 1.068 mg 的溶液，即得。

2.2.3 供试品溶液的制备　将本品研细，取 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 80 %乙醇 50 mL，称定质量，置水浴中加热回流提取 2 h，放冷，再称定质量，用 80 %乙醇补足减失的质量，摇匀，滤过，即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备　按处方制备除去西洋参药材的阴性样品，按照 2.2.3 项下的供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。

2.2.5 线性关系考察　精密吸取对照品溶液 1，5，10，15，20 μL，按 2.2.1 项下的色谱条件进行测定。以对照品峰面积为纵坐标(Y)，人参皂苷对照品的进样量为横坐标(X)，分别进行线性回归，得到的回归方程及相应的相关系数，见表 1。结果表明，人参皂苷 Rg_1 进样量在 0.1~2.0 μg、人参皂苷 Re 在 0.4~8.0 μg、人参皂苷 Rb_1 在 1.0~20.0 μg 范围内呈良好的线性关系。

表 1　各对照品的回归方程和相关系数

Table 1　Regression equation and correlation coefficient of Reference substance

对照品	回归方程	r
Rg_1	Y=205.46X+3.3352	0.9998
Re	Y=226.48X+28.473	0.9996
Rb_1	Y=171.49X+30.824	0.9998

2.2.6 精密度试验　精密吸取同一供试品溶液(批号：20120301)，按照 2.2.1 项下的色谱条件测定，重复进样 5 次，测得各色谱峰的峰面积和保留时间，人参皂苷 Rg_1、Re、Rb_1 峰面积的 RSD 值分别为 0.20 %、0.22 %、0.18 %，保留时间的 RSD 值为 0.10 %、0.09 %、0.04 %，结果表明仪器精密度良好。

2.2.7 重复性试验　取同一批样品粉末(批号：20120301)约 0.5 g，精密称定 5 份，按照 2.2.3 项下方法制备供试品溶液，按照 2.2.1 项下的色谱条件，分别进样测定，测得样品人参皂苷 Rg_1、Re、Rb_1 总含量 RSD 值为 0.82 %，表明该方法重现性良好。

2.2.8 稳定性试验　精密吸取同一供试品溶液(批号：20120301)，按照 2.2.1 项下的色谱条件，分别在 0，2，4，8，12，24 h 进样测定，测得各色谱峰的峰面积和保留时间，人参皂苷 Rg_1、Re、Rb_1 峰面积的 RSD 值为 1.06 %、0.94 %、0.82 %，保留时间的 RSD 值为 0.12 %、0.09 %、0.08 %，说明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.2.9 加样回收率试验　取同一批已知含量的洋参养胃颗粒(批号：20120303)6 份，每份约 0.25 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别加入人参皂苷对照品溶液(人参皂苷 Rg_1 0.128 mg·mL^{-1}、人参皂苷 Re 0.408 mg·mL^{-1}、人参皂苷 Rb_1 1.068 mg·mL^{-1})10 mL，按供试品溶液的制备方法制备供试品溶液，按照 2.2.1 项下的色谱条件，进行测定，记录峰面积，人参总皂苷的平均回收率为 98.77 %，RSD 值为 0.52 %，表明回收率良好，见表 2。

表 2　洋参养胃颗粒加样回收率试验结果

Table 2　Results of recovery tests of the granula content determination

编号	取样量 /g	人参皂苷总含量 /mg	加入量 /mg	测定量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	0.2503	16.3527	16.04	32.2033	98.82	98.77	0.52
2	0.2509	16.3919	16.04	32.1994	98.55		
3	0.2504	16.3592	16.04	32.3107	99.45		
4	0.2511	16.4050	16.04	32.2019	98.48		
5	0.2507	16.3788	16.04	32.3007	99.26		
6	0.2506	16.3723	16.04	32.1021	98.07		

2.2.10 样品含量测定　取 3 批洋参养胃颗粒样品(批号分别为：20120301，20120303，20120305)，按照 2.2.3 项下方法制备供试品溶液，各吸取 10 μL 注入液相色谱仪中，按照 2.2.1 项下色谱条件测定，计算人参皂苷 Rg_1，Re，Rb_1 总含量，结果见表 3。

表 3　样品含量测定结果(mg·g^{-1}，n=3)

Table 3　Results of sample content determination

批号	人参皂苷 Rg_1	人参皂苷 Re	人参皂苷 Rb_1	总皂苷	RSD/%
20120301	1.6834	7.7919	23.2423	32.7176	0.05
20120303	1.6846	7.7979	23.2600	32.7424	0.03
20120305	1.6838	7.7941	23.2488	32.7266	0.04

3 讨论

本实验参考文献方法[4-6]建立了西洋参药材的薄

层定性鉴别，人参皂苷 Rg_1、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb_1 为人参、三七和西洋参的共有成分，为区别于人参或三七，加入西洋参的特异性成分拟人参皂苷 F_{11} 进行考察，薄层结果斑点清晰，干扰较少，专属性强。

本文建立了洋参养胃颗粒的人参皂苷含量测定的方法，对洋参养胃颗粒的西洋参人参皂苷进行了乙醇提取浓度、提取体积、提取时间的考察[7]。在乙醇浓度(40 %、60 %、80 %乙醇)考察中，结果显示 80 % 乙醇提取皂苷的峰面积最大；提取体积(25，50，100 mL)考察中，提取体积 50 mL 结果优于 25 mL 和 100 mL；提取时间（1，1.5，2 h）考察中，提取 2 h 与 1.5 h 比较，结果相差不大，为了提取完全，选择提取时间 2 h。本方法用乙醇作为提取溶剂，提取后即可通过高效液相色谱法进行含量测定，操作简便、省时、重复性好，具有实用价值。

参考《中国药典》西洋参皂苷的测定[4]，对色谱柱、流动相及流速进行了筛选，流动相中用水代替 0.1 %的磷酸溶液，梯度洗脱时间进行了优化。本研究所建立的洋参养胃颗粒的薄层鉴别及人参皂苷含量测定方法，为洋参养胃颗粒的质量标准控制提供了科学依据。

参考文献：

[1] Yuan CS，Wang CZ，Wicks SM，et al. Chemical and pharmacological studies of saponins with a focus on American ginseng[J]. J Ginseng Res，2010，34(3)：160-167.

[2] Lemmon HR，Sham J，Chau LA，et al. High molecular weight polysaccharides are key immunomodulators in North American ginseng extracts：characterization of the ginseng genetic signature in primary human immune cells[J]. J Ethnopharmacol，2012，142(1)：1-13.

[3] Li B，Wang CZ，He TC. Antioxidants potentiate American ginseng-induced killing of colorectal cancer cells[J]. Cancer Lett，2010，289(1)：62-70.

[4] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典(一部)[M]. 北京：中国医药科技出版社，2010：122-123.

[5] 李光荣，张学顺. 参芪益元颗粒质量标准研究[J]. 山东中医杂志，2012，31(6)：439-441.

[6] 陈萍，朱胤龙，韦强，等. 止咳平喘胶囊质量标准研究[J]. 中成药，2005，27(3)：275-278.

[7] 李素婷，刘郁. 正交试验法优选西洋参提取工艺[J]. 中国生化药物杂志，2011，32(6)：478-479.

（编辑：宋威）

HPLC 法测定毛冬青中毛冬青苷 B 的含量

童国勇[1]，陈汀波[1,2]，强　皎[1]，林　丽[1]，周　华[2]，刘　良[2]，张　军[1]（1. 广州中医药大学新药开发研究中心，广东 广州 510006；2. 中药质量研究国家重点实验室，澳门科技大学，澳门）

摘要：目的　建立毛冬青药材中毛冬青苷 B 的 HPLC 测定方法。**方法**　采用高效液相色谱法，色谱柱：Kromasil C_{18} 柱（4.6 mm×250 mm，5 μm）；流动相：以乙腈 -0.1 %磷酸梯度洗脱；检测波长为 329 nm；流速为 1.0 mL·min^{-1}。**结果**　毛冬青苷 B 在 0.3672~3.672 μg 线性关系良好（r=0.9998），平均回收率为 97.26 %，RSD=1.16 %。**结论**　该方法准确、简便、重现性好，适用于毛冬青苷 B 的含量测定，有助于完善毛冬青药材的质量控制。

关键词：毛冬青苷 B；含量测定；高效液相色谱法

中图分类号：R284.1　　**文献标志码：**A　　**文章编号：**1003-9783(2013)05-0503-04

doi：10.3969/j.issn.1003-9783.2013.05.020

Determination of Pubescenoside B in Radix Ilicus Pupescentis by HPLC

TONG Guoyong[1]，CHEN Tingbo[1,2]，QIANG Jiao[1]，LIN Li[1]，ZHOU Hua[2]，LIU Liang[2]，ZHANG Jun[1]（1. Research and Development for New Drugs，Guangzhou University of Chinese Medicine，Guangzhou 510006 Guangdong，China；2. State Key Laboratory for Quality Research of Chinese Herbal Medicine，Macau University of Science and

收稿日期：2013-04-27

作者简介：童国勇，男，硕士研究生，研究方向：中药新药药学研究。Email：tongguoyong008@126.com。通讯作者：张军，研究员，研究方向：中药新药药学研究。Email：zhjxsh@yahoo.com.cn。

基金项目：重大新药创制专项“有效部位组方的现代中药冠心康泰临床前研究”（2009ZX09103-360）；广东省国际合作项目(2011B050300021)。