

二丁颗粒 HPLC 指纹图谱建立及 5 种成分测定

梁梓敏， 覃洁萍*， 郭海姣
(广西中医药大学药学院, 广西 南宁 530001)

摘要: **目的** 建立二丁颗粒(紫花地丁、半边莲、蒲公英等) HPLC 指纹图谱, 并测定表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸的含量。**方法** 该药物 60% 乙醇提取液的分析采用 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 4.0 μm); 流动相乙腈-0.1% 磷酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 242、330 nm; 柱温 30 ℃。**结果** 10 批样品中有 11 个共有峰, 相似度大于 0.90。5 种成分在各自范围内线性关系良好($r\geq 0.999\ 7$), 平均加样回收率 101.8%~103.4%, RSD 0.92%~2.2%。**结论** 该方法简便准确, 专属性强, 重复性好, 可用于二丁颗粒的质量控制。

关键词: 二丁颗粒; 指纹图谱; 表告依春; 单咖啡酰基酒石酸; 秦皮乙素; 咖啡酸; 菊苣酸; HPLC

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2019)11-2591-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.11.008

Establishment of HPLC fingerprints of Erding Granules and determination of five constituents

LIANG Zi-min, QIN Jie-ping*, GUO Hai-jiao
(College of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

ABSTRACT: AIM To establish the HPLC fingerprints of Erding Granules (*Violae Herba*, *Lobeliae chinensis Herba*, *Taraxaci Herba*, etc.) and to determine the contents of epigoitrin, monocaffeoyltartaric acid, cichorigenin, caffeic acid, cichoric acid. **METHODS** The analysis of 60% ethanol extract of this drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% phosphoric acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 242, 330 nm. **RESULTS** There were eleven common peaks in the fingerprints of ten batches of samples with the similarities of more than 0.90. Five constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r\geq 0.999\ 7$), whose average recoveries were 101.8%–103.4% with the RSDs of 0.92%–2.2%. **CONCLUSION** This simple, accurate, specific and reproducible method can be used for the quality control of Erding Granules.

KEY WORDS: Erding Granules; fingerprints; epigoitrin; monocaffeoyltartaric acid; cichorigenin; caffeic acid; cichoric acid; HPLC

二丁颗粒为 2015 年版《中国药典》收载的中
药成方制剂, 由紫花地丁、半边莲、蒲公英、板蓝
根 4 味药材组成, 功效清热解毒, 用于火热毒盛所
致的热疔痈毒、咽喉肿痛、风热火眼^[1], 可治疗

痤疮、慢性支气管炎、急性咽炎等^[2-7]。目前, 药
典中二丁颗粒质量控制指标仅为秦皮乙素^[1]; 近
来有学者报道了其中单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙
素、菊苣酸 3 种成分含有量的测定方法^[8], 但仍未

收稿日期: 2019-02-12

基金项目: 广西高校中药提取纯化与质量分析重点实验室项目(桂教科研[2014] 6)

作者简介: 梁梓敏(1993—), 女, 硕士生, 从事中药成分分析与质量控制研究。Tel: 15676171216, E-mail: 2935688092@qq.com

* 通信作者: 覃洁萍(1962—), 女, 教授, 硕士生导师, 从事中药分析与质量控制研究。Tel: 15177175610, E-mail: 594724071@qq.com

能对制剂整体质量进行有效评价,如表告依春为板蓝根主要有效成分,具有很强的抗病毒活性^[9-10],但目前并无相关报道。

单咖啡酰基酒石酸、咖啡酸、菊苣酸等酚酸类成分具有抑病毒、抑菌、抗炎、抗氧化等药理作用^[11-12],秦皮乙素具有抗炎、抗肿瘤作用^[13-15],为二丁颗粒药效成分。因此,本实验建立二丁颗粒 HPLC 指纹图谱,并测定表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸含量,以期为该制剂质量控制提供参考。

1 材料

1.1 仪器 Agilent 1260 高效液相色谱仪,配置 UV 型紫外检测器、安捷伦工作站(美国安捷伦公司);密思博超纯水器;SQP 电子分析天平[十万分之一,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司];TGL-16G 离心机(上海安亭科学仪器厂);KQ5200B 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);HWS-26 电热恒温水浴锅(上海一恒科学仪器有限公司)。

1.2 试药 紫花地丁(批号 20180501)、板蓝根(批号 20180101)、蒲公英(批号 20180201)、半边莲(批号 20180201)均由南宁市景昌中药饮片有限公司提供,经广西中医药大学鉴定教研室蔡毅教授鉴定为正品。表告依春(批号 171206)、单咖啡酰基酒石(批号 171130)、菊苣酸(批号 171130)对照品(上海融禾医药科技有限公司);秦皮乙素(批号 110741-200102)、咖啡酸(批号 110885-201708)对照品(中国食品药品检定研究院),含量均大于 98%。二丁颗粒共 10 批,批号 171193(20 g/袋),购自四川古蔺肝苏药业有限公司;批号 180120(20 g/袋)、180401(20 g/袋)、181410D(20 g/袋)、180604D(无糖,4 g/袋)、180317(20 g/袋),购自修正药业集团长春高新制药有限公司;批号 180911(无糖,4 g/袋)、180918(无糖,4 g/袋)、180903(20 g/袋)、180926(20 g/袋),由广西中医药大学药学中心实验室制备。

甲醇、乙腈为色谱纯;乙醇等其他试剂均为分析纯;水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,4.0 μm);流动相乙腈(A)-0.1%磷酸(B),梯度洗脱(0~12 min,5%~10% A;12~20 min,10% A;20~30 min,

10%~17% A;30~50 min,17%~24% A);体积流量 1.0 mL/min;检测波长 242 nm(0~12 min)、330 nm(12~50 min);柱温 30℃;进样量 5 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取各对照品适量,置于 5 个 10 mL 量瓶中,甲醇溶解并定容,制得贮备液,取适量置于同一量瓶中,甲醇稀释,制成分别含表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸 10.8、60.4、111、11.1、28.0 μg/mL,即得。

2.2.2 供试品溶液 精密称取相当于原药材 2~5 g 的颗粒适量,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 40 mL 60%乙醇回流 45 min,滤过,滤液挥干,残渣用 60%乙醇溶解并定容至 10 mL,13 000 r/min 离心,取上清液过微孔滤膜,即得。

2.2.3 阴性样品溶液 按处方工艺制备缺紫花地丁、板蓝根、蒲公英、半边莲的其他药材各 1 份,按“2.2.2”项下方法制备,即得。

2.3 HPLC 指纹图谱

2.3.1 稳定性试验 取颗粒(批号 180926)2.5 g,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,于 0、2、4、8、12、24 h 在“2.1”项色谱条件下各进样 5 μL 测定。以 4 号峰(秦皮乙素)保留时间和色谱峰面积为参照,测得其余 10 个色谱峰相对保留时间 RSD 在 0.03%~0.17%之间,相对峰面积 RSD 在 0.27%~2.8%之间,表明溶液在 24 h 内稳定性良好,符合指纹图谱测定要求。

2.3.2 精密度试验 取供试品溶液(批号 180926),在“2.1”项色谱条件下进样测定 6 次。以 4 号峰(秦皮乙素)保留时间和色谱峰面积为参照,测得其余 10 个色谱峰相对保留时间 RSD 在 0.05%~0.29%之间,相对峰面积 RSD 在 0.37%~2.0%之间,表明仪器精密度良好,符合指纹图谱测定要求。

2.3.3 重复性试验 取同一批颗粒(批号 180926)2.5 g,共 6 份,按“2.2.2”项下方法制备 6 份供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下各进样 5 μL 测定。以 4 号峰(秦皮乙素)保留时间和色谱峰面积为参照,测得其余 10 个峰相对保留时间 RSD 在 0.02%~0.13%之间,相对峰面积 RSD 在 0.30%~1.6%之间,表明该方法重复性良好,符合指纹图谱测定要求。

2.3.4 建立方法 取 10 批颗粒适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件

下进样测定，结果见图 1，再采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》（2012.130723 版）对指纹图谱进行分析，发现 11 个共有峰（图 2），其中 4 号峰为秦皮乙素，是君药紫花地丁主要活性成分，

该色谱峰分离度较好，响应值较高，保留时间适宜，故选择其为参照峰。相似度见表 1，可知各批样品相似度均在 0.90 以上，表明指标成分一致性较好。

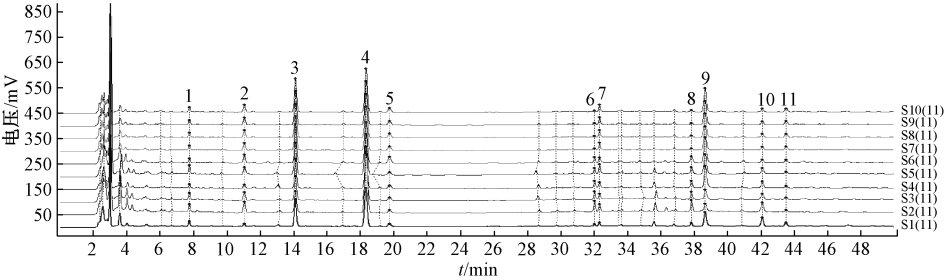
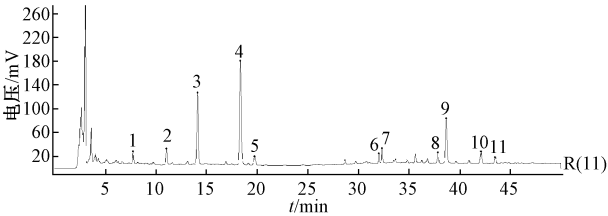


图 1 10 批样品 HPLC 指纹图谱

Fig. 1 HPLC fingerprints of ten batches of samples



2. 表告依春 3. 单咖啡酰基酒石酸 4. 秦皮乙素 5. 咖啡酸
9. 菊苣酸
2. epigotrin 3. monocaaffeyltartaric acid 4. cichorigenin 5. caffeic acid
9. cichoric acid

图 2 HPLC 指纹图谱共有峰

Fig. 2 Common peaks of HPLC fingerprints

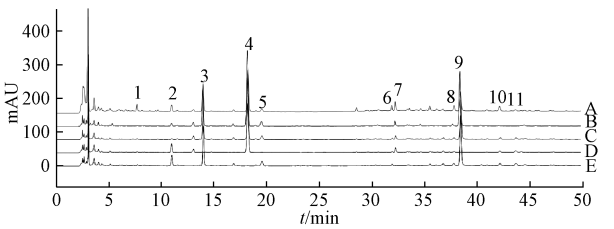
表 1 10 批样品相似度

Tab.2 Similarities of ten batches of samples

样品	相似度	样品	相似度
S1	0.991	S6	0.967
S2	0.923	S7	0.963
S3	0.948	S8	0.977
S4	0.981	S9	0.975
S5	0.964	S10	0.975

2.3.5 特征峰归属 精密吸取表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸对照品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，二极管阵列检测器同时记录色谱图和各色谱峰紫外吸收光谱，并与指纹图谱共有模式中共有特征峰进行对比，发现共有模式中 2~5、9 号特征峰的保留时间及其紫外光谱分别与表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸对照品一致，故确认为相应成分。然后，精密吸取缺紫花地丁、蒲公英、半边莲、板蓝根阴性样品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，并与颗粒指纹图谱共有模式中共有特征峰进行比对，结果见图 3，可知 1、8

号峰为 4 种药材共有特征峰，2 号峰（表告依春）归属为板蓝根，4 号峰（秦皮乙素）、7 号峰归属为紫花地丁，3 号峰（单咖啡酰基酒石酸）、5 号峰（咖啡酸）、9 号峰（菊苣酸）归属为蒲公英，6、10~11 号峰归属为半边莲。



注：A~E 分别为供试品溶液及缺半边莲、板蓝根、蒲公英、紫花地丁阴性样品溶液

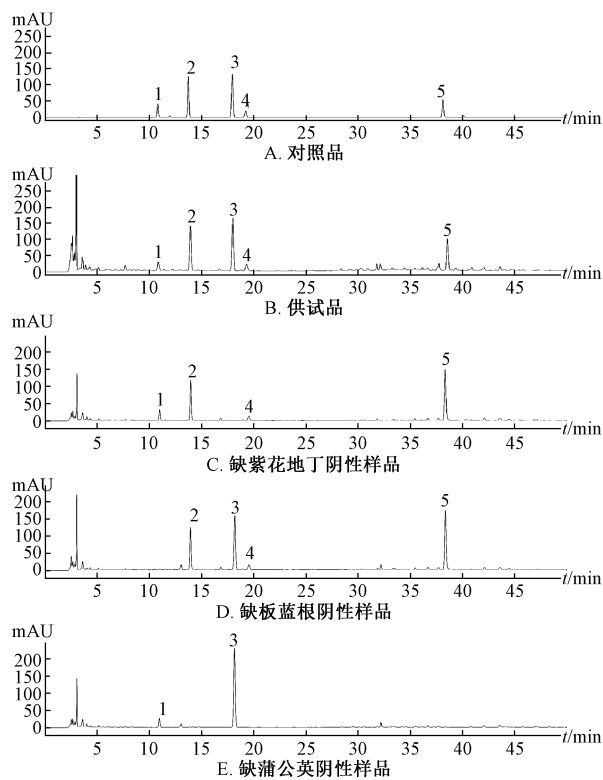
图 3 二丁颗粒及阴性样品 HPLC 色谱图

Fig. 3 HPLC chromatograms of Erding Granules and negative samples

2.4 含有量测定

2.4.1 专属性试验 取供试品、对照品、阴性样品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，结果见图 4。由图可知，对照品、供试品色谱图相应位置具有相同保留时间色谱峰，阴性无干扰，理论塔板数以秦皮乙素（3 号峰）计应不少于 6 000。

2.4.2 线性关系考察 取对照品贮备液适量，逐级稀释制成分别含表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸 2.16~86.2、12.1~133、22.1~244、2.22~24.4、5.60~61.6 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液，各精密吸取 5 μL ，在“2.1”项色谱条件下进样测定。以峰面积为纵坐标（Y），溶液质量浓度为横坐标（X）进行回归，结果见表 2，可知各成分在各自范围内线性关系良好。



1. 表告依春 2. 单咖啡酰基酒石酸 3. 秦皮乙素 4. 咖啡酸
5. 菊苣酸

1. epigointrin 2. monocaffeyltartaric acid 3. cichorigenin
4. caffeic acid 5. cichoric acid

图 4 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 4 HPLC chromatograms of various constituents

表 2 各成分线性关系

Tab. 1 Linear relationships of various constituents				
成分	回归方程	r	线性范围/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	
表告依春	$Y=34\,328.348\,4X+12.143\,72$	0.999 9	2.16~86.2	
单咖啡酰基酒石酸	$Y=18\,243.218\,3X+11.584\,059$	0.999 8	12.1~133	
秦皮乙素	$Y=13\,468.046\,9X+0.562\,045\,4$	0.999 9	22.1~244	
咖啡酸	$Y=22\,986.735\,1X+0.064\,308\,4$	0.999 8	2.22~24.4	
菊苣酸	$Y=20\,934.140\,4X-1.218\,543\,2$	0.999 7	5.60~61.6	

2.4.3 精密度试验 精密吸取对照品溶液 5 μL , 在“2.1”项色谱条件下进样 6 次, 测得表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸峰面积 RSD 分别为 0.77%、1.0%、0.97%、1.1%、0.20%, 表明仪器精密度良好。

2.4.4 稳定性试验 取同一供试品溶液 (批号 180926), 于 0、2、4、8、12、24 h 在“2.1”项色谱条件下各进样 5 μL , 测得表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸峰面积 RSD 分别为 0.39%、0.44%、0.34%、0.60%、0.82%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.4.5 重复性试验 精密称取同一批样品 (批号 180926) 6 份, 每份 2.5 g, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下各进样 5 μL , 测得表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸含有量 RSD 分别为 1.2%、1.6%、1.2%、1.5%、1.4%, 表明该方法重复性良好。

2.4.6 加样回收率试验 精密称取各成分含有量已知的样品 (批号 180926) 1.25 g, 共 6 份, 精密加入含表告依春 (0.040 4 mg/mL)、单咖啡酰基酒石酸 (0.401 mg/mL)、秦皮乙素 (0.686 mg/mL)、咖啡酸 (0.066 6 mg/mL)、菊苣酸 (0.269 mg/mL) 对照品溶液各 1.00 mL, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下进样 5 μL 测定, 结果见表 3。

表 3 各成分加样回收率试验结果 (n=6)

Tab. 3 Results of recovery tests for various constituents (n=6)

成分	取样量/ g	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回收 率/% (RSD/%)
表告依春	1.253 9	0.040 7	0.040 4	0.083 0	104.7	103.3 (1.4)
	1.250 6	0.040 6	0.040 4	0.082 5	103.8	
	1.253 4	0.040 7	0.040 4	0.082 4	103.3	
	1.252 7	0.040 7	0.040 4	0.081 9	102.1	
	1.252 0	0.040 7	0.040 4	0.083 1	105.0	
	1.251 6	0.040 7	0.040 4	0.081 5	101.3	
单咖啡酰 基酒石酸	1.253 9	0.405	0.401	0.820	103.5	102.4 (2.2)
	1.250 6	0.404	0.401	0.822	104.1	
	1.253 4	0.405	0.401	0.798	98.1	
	1.252 7	0.403	0.401	0.820	103.8	
	1.252 0	0.405	0.401	0.816	102.5	
	1.251 6	0.404	0.401	0.814	102.3	
秦皮乙素	1.253 9	0.690	0.686	1.408	104.8	103.4 (1.3)
	1.250 6	0.689	0.686	1.398	103.4	
	1.253 4	0.689	0.686	1.402	104.0	
	1.252 7	0.687	0.686	1.398	103.6	
	1.252 0	0.689	0.686	1.399	103.5	
	1.251 6	0.688	0.686	1.380	100.9	
咖啡酸	1.253 9	0.066 8	0.066 6	0.136	104.3	102.6 (1.9)
	1.250 6	0.066 7	0.066 6	0.136	104.0	
	1.253 4	0.066 7	0.066 6	0.133	99.6	
	1.252 7	0.066 6	0.066 6	0.136	103.9	
	1.252 0	0.066 8	0.066 6	0.136	103.2	
	1.251 6	0.066 6	0.066 6	0.134	100.9	
菊苣酸	1.253 9	0.267	0.269	0.547	103.3	101.8 (0.92)
	1.253 4	0.269	0.269	0.541	101.2	
	1.252 7	0.269	0.269	0.541	101.2	
	1.252 0	0.268	0.269	0.541	101.4	
	1.251 6	0.269	0.269	0.541	101.2	
	1.252 3	0.269	0.269	0.545	102.7	

2.4.7 样品含有量测定 精密称取相当于原药材

2~5 g 的不同批号颗粒粉末，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下各进样 5 μ L 测定，计算含有量，结果见表 4。

表 4 各成分含有量测定结果 (mg/g, n=2)

批号	表告依春	单咖啡酰基酒石酸	秦皮乙素	咖啡酸	菊苣酸
171193(含糖)	0.006 33	0.147	0.335	0.018 1	0.096 0
180410D(含糖)	0.014 8	0.056 6	0.297	0.008 12	0.022 4
180120(含糖)	0.010 8	0.064 0	0.210	0.008 62	0.025 1
180317(含糖)	0.005 36	0.083 6	0.170	0.010 7	0.078 2
180401(含糖)	0.007 39	0.075 6	0.178	0.008 59	0.054 4
180926(含糖)	0.032 8	0.325	0.554	0.053 9	0.214
180903(含糖)	0.030 9	0.318	0.540	0.053 8	0.213
180911(无糖)	0.127	1.283	2.498	0.154	0.848
180604D(无糖)	0.489	0.252	1.106	0.045 8	0.103
180918(无糖)	0.080 1	0.808	1.610	0.099 6	0.541

3 讨论

3.1 色谱条件选择 本实验考察了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.1% 磷酸、乙腈-0.1% 甲酸、乙腈-0.1% 冰乙酸、乙腈-0.1% 磷酸、乙腈-0.08% 磷酸、乙腈-0.12% 磷酸流动相，发现乙腈-0.1% 磷酸洗脱时各成分色谱峰分离度较好，而且出峰时间适中；考察了 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 4.0 μ m)、Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5.0 μ m)、Phenomenex Gemini-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μ m) 色谱柱，发现 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱分离度、峰形、柱效较好；考察了柱温 25、30、35 $^{\circ}$ C，发现 30 $^{\circ}$ C 时分离度、峰形较好；考察了体积流量 0.8、1.0、1.2 mL/min，发现 1.0 mL/min 时洗脱效果较好；采用 DAD 检测器在 190~400 nm 波长处进行扫描，发现表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸最佳吸收波长分别为 242、330、344、322、330 nm，为了使各成分均能获得尽可能高的测量灵敏度，本实验采用双波长切换时间序列采样方式进行检测，即 0~12 min 242 nm，12~50 min 330 nm，发现在此条件下各成分吸收及峰型较理想，并可达到良好的分离效果。综上所述，最优色谱条件为 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 4.0 μ m)；流动相乙腈-0.1% 磷酸，梯度洗脱；体积流量 1.0 mL/min；检测波长 242、330 nm；柱温 30 $^{\circ}$ C。

3.2 提取条件选择 本实验考察了甲醇、30% 甲醇、60% 甲醇、水、乙醇、30% 乙醇、60% 乙醇、40% 甲醇 (含 1% 乙酸)^[12]、70% 甲醇 (含 5% 甲酸)^[16]，发现以 60% 乙醇为提取溶剂时各成分综合提取率最高；考察了冷浸、超声、回流提取，发现

回流提取效率明显优于超声提取与冷浸提取；考察了 25、40、55 mL 提取溶剂体积及 15、30、45、60、90 min 提取时间，发现 40 mL、45 min 时各成分基本提取完全。综上所述，最优提取条件为 40 mL 60% 乙醇回流提取 45 min。

4 结论

本实验建立二丁颗粒 HPLC 指纹图谱，并测定表告依春、单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素、咖啡酸、菊苣酸含有量，发现指纹图谱专属性较强，测定方法简便准确，重复性较好，对提高该制剂质量标准有着积极的参考意义。

参考文献：

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版一部 [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 435.

[2] 王木兰, 许 溪, 吴 春, 等. 二丁颗粒抗痛风药效学研究 [J]. 中药药理与临床, 2016, 32(3): 125-128.

[3] 段子鹏. 二丁颗粒抗肠道病毒 71 型作用的体内外实验研究 [D]. 长春: 吉林大学, 2015.

[4] 赖永平. 红蓝光照射联合二丁颗粒治疗寻常痤疮的疗效观察 [J]. 临床与病理杂志, 2014, 34(3): 276-279.

[5] 张国银. 二丁颗粒治疗慢性支气管炎疗效观察 [J]. 河北中医, 2011, 33(6): 911-912.

[6] 葛 林, 李 艳. 二丁颗粒治疗急性咽炎肺胃实热证的疗效观察 [J]. 陕西中医, 2010, 31(9): 1125-1126.

[7] 贾红慧, 袁 洁, 勾 惊, 等. 二丁颗粒的抑菌抗炎和免疫调节作用 [J]. 华西药学杂志, 2006, 21(5): 453-456.

[8] 占 远, 黎田儿, 黄文平, 等. HPLC 法同时测定二丁颗粒中的单咖啡酰基酒石酸、秦皮乙素和菊苣酸 [J]. 中成药, 2015, 37(10): 2190-2193.

[9] 徐丽华, 黄 芳, 陈 婷, 等. 板蓝根中的抗病毒活性成分 [J]. 中国天然药物, 2005, 3 (6): 359-360.

[10] 黄 芳, 熊雅婷, 徐丽华, 等. 板蓝根不同提取物中抗病毒成分表告依春在大鼠体内的药代动力学 [J]. 中国药科大学

学报, 2006, 37(6): 519-522.

[11] 谢沈阳, 杨晓源, 丁章贵, 等. 蒲公英的化学成分及其药理作用[J]. 天然产物研究与开发, 2012, 24(S1): 141-151.

[12] 刘 燕, 兰瑞容, 兑靖冬, 等. HPLC 法同时测定蒲公英中单咖啡酰酒石酸、绿原酸、咖啡酸、菊苣酸的含量[J]. 中国药师, 2017, 20(9): 1677-1679.

[13] 万新立, 朱红军, 马莲年. 秦皮乙素对人肺癌 H460 细胞体外增殖与凋亡的影响[J]. 癌症进展, 2017, 15(9): 1023-1025.

[14] 姬 剑, 伟忠民. 秦皮乙素对人肝癌 BEL-7402 细胞体外增殖的影响[J]. 中药药理与临床, 2015, 31(3): 38-41.

[15] 杨 庆, 翁小刚, 聂淑琴, 等. 不同基原秦皮、香豆素单体以及不同指纹区样品对内毒素刺激单核-巨噬细胞株分泌炎症因子的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(13): 127-131.

[16] 宗东升, 沈 忱, 李 丹, 等. RP-HPLC 法测定蒲公英中绿原酸与咖啡酸的含量[J]. 实用药物与临床, 2008, 11(4): 259-260.

地桃花质量标准的研究

陈 贵, 夏稷子, 徐作刚, 史 娟, 邓言欢, 张 华, 王 涛, 安 军
(黔南州检验检测院, 贵州 都匀 558000)

摘要: **目的** 建立地桃花 *Urena lobata* L. 的质量标准。**方法** 对地桃花形态、显微特征进行鉴定后, TLC 法定性鉴别银锻苷, 《中国药典》方法测定水分、总灰分、浸出物含有量, HPLC 法测定银锻苷含有量。**结果** TLC 斑点清晰, 重复性好; 银锻苷在 0.476 4~238.2 μg/mL 范围内线性关系良好 ($r=1.000\ 0$), 平均加样回收率为 99.0%, RSD 为 2.28%。12 批样品水分、总灰分、浸出物含有量范围分别为 11.4% ~ 14.0%、6.2% ~ 12.6%、4.4% ~ 9.6%。**结论** 该方法稳定可靠, 可用于地桃花的质量控制。

关键词: 地桃花; 银锻苷; TLC; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2019)11-2596-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.11.009

Quality standard for *Urena lobata*

CHEN Gui, XIA Ji-zi, XU Zuo-gang, SHI Juan, DENG Yan-huan, ZHANG Hua, WANG Tao, AN Jun
(Qiannan Prefectural Institute for Inspection and Testing, Duyun 558000, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for *Urena lobata* L.. **METHODS** The morphological and microscopic characteristics of *U. lobata* were identified, after which TLC was used for the qualitative identification of tiliroside, Chinese Pharmacopoeia method was applied to determining the contents of water, total ash and extract, HPLC was adopted in the content determination of tiliroside. **RESULTS** The TLC spots were clear and reproducible. Tiliroside showed a good linear relationship within the range of 0.476 4–238.2 μg/mL ($r=1.000\ 0$), whose average recovery was 99.0% with the RSD of 2.28%. In twelve batches of samples, the content ranges of water, total ash and extract were 11.4%–14.0%, 6.2%–12.6% and 4.4%–9.6%, respectively. **CONCLUSION** This stable and reliable method can be used for the quality control of *U. lobata*.

KEY WORDS: *Urena lobata* L.; tiliroside; TLC; HPLC

收稿日期: 2019-03-28

基金项目: 贵州省中药材、民族药材质量标准研究项目 (DBXZYCS2029); 黔南州科技计划项目 (黔南科合社字 [2018] 31)

作者简介: 陈 贵 (1986—), 男, 硕士, 副主任药师, 从事中药药剂学及中药质量标准研究。Tel: (0854) 8321021, E-mail: chen-gui211@126.com