

# UPLC-FLD 法同时测定不同产地白芷中 5 种香豆素

李 乾<sup>1,2</sup>, 刘 洁<sup>2,3</sup>, 李月婷<sup>2,4</sup>, 阳 娇<sup>2,4</sup>, 赵淑军<sup>2,4</sup>, 肖红斌<sup>1,2,3\*</sup>  
(1. 石河子大学药学院, 新疆 石河子 832002; 2. 北京中医药大学, 中药分析与转化研究中心, 北京 100029; 3. 北京中医药大学北京中医药研究院, 北京 100029; 4. 北京中医药大学中药学院, 北京 100029)

**摘要:** **目的** 建立 UPLC-FLD 法同时测定白芷中水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素的含量。**方法** 白芷甲醇提取物的分析采用 Agilent ZORBAX ECLIPSE Plus C<sub>18</sub> 柱 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 流动相 0.1% 甲酸水-乙腈; 体积流量 0.4 mL/min; 柱温 35 ℃; 荧光检测器激发波长 259 nm, 发射波长 490 nm。**结果** 5 种成分在各自范围内线性关系良好 ( $r=0.999\ 9$ ), 平均加样回收率 98.7%~102.5%, RSD 1.02%~4.17%。**结论** 该方法准确稳定, 重复性好, 可用于白芷的质量控制。  
**关键词:** 白芷; 香豆素类; 超高效液相色谱-荧光检测  
**中图分类号:** R284.1      **文献标志码:** A      **文章编号:** 1001-1528(2020)09-2357-06  
**doi:** 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.09.021

## Simultaneous determination of five coumarins in *Angelicae Dahuricae* Radix from different growing areas by UPLC-FLD

LI Qian<sup>1</sup>, LIU Jie<sup>2,3</sup>, LI Yue-ting<sup>2,4</sup>, YANG Jiao<sup>2,4</sup>, ZHAO Shu-jun<sup>2,4</sup>, XIAO Hong-bin<sup>1,2,3\*</sup>  
(1. School of Pharmacy, Shihezi University, Shihezi 832002, China; 2. Research Center for Chinese Medicine Analysis and Transformation, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China; 3. Beijing Research Institute of Chinese Medicine, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China; 4. School of Chinese Materia Medical, Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100029, China)

**ABSTRACT:** **AIM** To establish a UPLC-FLD method for the simultaneous determination of oxypeucedanin hydrate, bergapten, oxypeucedanin, imperatorin and isoimperatorin in *Angelicae Dahuricae* Radix. **METHODS** The analysis of methanol extract of *A. Dahuricae* was performed on a 35 ℃ thermostatic Agilent ZORBAX ECLIPSE Plus C<sub>18</sub> column (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm), with the mobile phase comprising of 0.1% formic acid water-acetonitrile flowing at 0.4 mL/min in a gradient elution manner, and the excitation wavelength and emission wavelength were set at 259 nm and 490 nm, respectively. **RESULTS** Five constituents showed good linear relationships within their own ranges ( $r=0.999\ 9$ ), whose average recoveries were 98.7%–102.5% with the RSDs of 1.02%–4.17%. **CONCLUSION** This accurate, stable and reproducible method can be used for the quality control of *A. dahuricae*.  
**KEY WORDS:** *Angelicae dahuricae* Radix; coumarins; UPLC-FLD

白芷为伞形科植物植物白芷 *Angelica dahurica* (Fisch. ExHoffm.) Benth. et Hook. f. 或杭白芷 *Angelica dahurica* (Fisch. Ex Hoffm.) Benth. et Hook. f. var. *formosana* (Boiss.) Shan et Yuan 的干燥根, 味辛、性温, 归胃、大肠、肺经, 具有发散风寒、通窍止痛、燥湿止带、消肿排脓等功效, 临床常用于治疗阳明头痛、眉棱骨痛、鼻渊头痛、牙痛、风寒湿痹、疮疡肿毒等病症<sup>[1]</sup>。白芷含有的化学成分主要有香豆素类、挥发油类、多糖类、甾醇类及生物碱等<sup>[2-4]</sup>。文献报道其有效成分主要为欧前胡

收稿日期: 2019-08-30  
基金项目: 国家自然科学基金项目 (81774155, 81803703)  
作者简介: 李 乾 (1994—), 男, 硕士生, 从事中药物质基础研究。E-mail: 13287960609@163.com  
\* 通信作者: 肖红斌 (1969—), 男, 教授, 研究方向为中药物质基础及作用机制系统分析。E-mail: hbxiao69@163.com

2357

素、异欧前胡素等香豆素类<sup>[5-7]</sup>。2015年版《中国药典》一部以欧前胡素为指标成分来评价白芷质量，欧前胡素的总量不得低于0.080%<sup>[1]</sup>。近年来有文献表明欧前胡素、异欧前胡素、佛手柑内酯、水合氧化前胡素能够进入血液及脑脊液<sup>[8-9]</sup>且佛手柑内酯<sup>[10-12]</sup>、氧化前胡素<sup>[13-14]</sup>均有明显的抗炎抗肿瘤作用。因此，仅以欧前胡素作为评价指标，不能全面地评价白芷的质量。

HPLC法是目前测定白芷中香豆素含有量的主要方法<sup>[15]</sup>，也有超临界流体色谱法<sup>[16]</sup>、近红外光谱法<sup>[17]</sup>、LC-MS法<sup>[18]</sup>等。白芷中的水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素，具有苯环( $\pi^*-\pi^*$ )结构特征，其有较强的荧光吸收。荧光分析方法具有选择性好，灵敏度高特点，比紫外-可见分光光度法低3个数量级以上。通过文献调研发现，相比于紫外检测器，荧光检测器有更好的选择性<sup>[19]</sup>；相比于三重串联四级杆质谱，荧光检测器花费更少<sup>[8]</sup>。此外，鉴于传统HPLC方法测定白芷中香豆素类成分含有量耗时长，同时存在干扰峰的问题。因此，本研究以期开发保留时间更短、特异性和选择性更好的UPLC-FLD测定方法，对白芷中5种香豆素类成分同时测定，并对21批不同产地白芷中5种成分进行含有量测定，以期更准确的评价白芷药材的质量。

1 材料

1.1 仪器 Agilent 1290 超高效液相色谱仪、Agilent 1260 G1321B 荧光检测器（美国 Agilent 公司）；Milli-Q 超纯水制备仪（德国 Millipore 公司）；AT201 型电子天平（1/10 万，瑞士 Mettler Toledo 公司）；KQ-500E 型超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。

1.2 试剂与药物 对照品欧前胡素（O-001-170526）、异欧前胡素（Y-007-170426）、水合氧化前胡素（S-128-170426）、氧化前胡素（Y-151-180713）、佛手柑内酯（F-008-170426）均购于成都瑞芬思生物科技有限公司，纯度均大于98%。乙腈（色谱纯，美国 Fisher 公司）；甲酸（色谱纯，美国 Sigma 公司）。

1.3 样品 白芷药材购买于河北安国药材市场和安徽亳州药材市场，信息见表1，经北京中医药大学王学勇教授鉴定为正品，凭证样本留样存放于北京中医药大学中药分析与转化研究中心。

表 1 样品信息

Tab. 1 Information of samples

| 编号 | 产地   | 编号 | 产地      | 编号 | 产地   |
|----|------|----|---------|----|------|
| 1  | 陕西商洛 | 8  | 浙江      | 15 | 安徽亳州 |
| 2  | 陕西汉中 | 9  | 湖南      | 16 | 安徽亳州 |
| 3  | 陕西安康 | 10 | 湖南      | 17 | 安徽   |
| 4  | 河北安国 | 11 | 四川遂宁    | 18 | 安徽   |
| 5  | 河北安国 | 12 | 四川巴中    | 19 | 安徽安庆 |
| 6  | 河南新乡 | 13 | 四川      | 20 | 安徽霍山 |
| 7  | 浙江杭州 | 14 | 四川(同仁堂) | 21 | 安徽   |

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent ZORBAX ECLIPSE Plus C<sub>18</sub> 柱（2.1 mm×100 mm，1.8 μm）；流动相 0.1% 甲酸水溶液（A）-乙腈（B），梯度洗脱（0~2 min，10%~38% B，2~7 min，38%~39% B，7~9 min，39%~40% B，9~10 min，40%~55% B，10~14 min，55%~70% B，14~15 min，100% B）；体积流量 0.4 mL/min；柱温 35℃；进样量 5 μL。色谱图见图1。

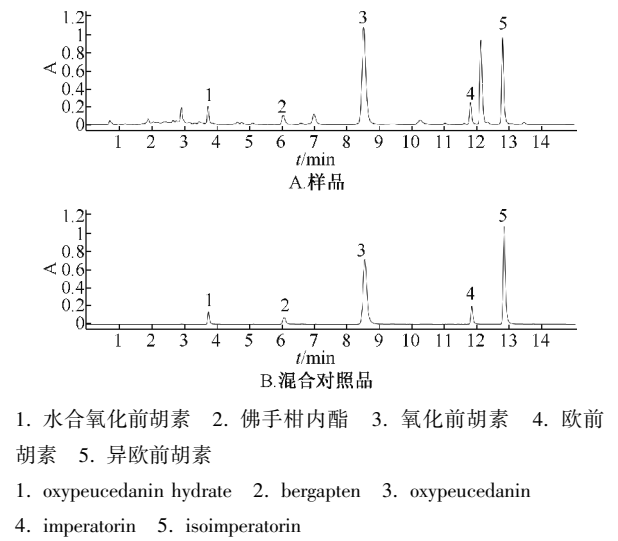


图 1 各成分荧光色谱图

Fig. 1 Fluorescence chromatograms of various constituents

2.2 对照品溶液制备 取对照品水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素适量，精密称定，加甲醇溶解并定容，制备成水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素质量浓度分别为20、20、200、200、100 μg/mL的混合对照品溶液，4℃储存备用。

2.3 供试品溶液制备 精密称取白芷粉末(过5号筛)约1 g，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25 mL，称定质量，超声（120 W，40 kHz）提取

1 h, 放冷。再次称定质量, 用甲醇补足减失质量。摇匀, 静置后取上清液, 滤过, 取续滤液即得。

2.4 最佳波长确定 将“2.2”项下对照品溶液, 在“2.1”项条件下进样2针, 分别获取各化合物的激发波长(Ex)及发射波长(Em)曲线。获取Ex曲线时, 先固定Em(如500 nm), 将Ex处设置为“zero order”, 采集范围设定为230~450 nm, 扫描间隔为5 nm。获取Em曲线时, 先固定Ex(如250 nm), 将Em处设置为“zero order”, 采集范围设定为300~600 nm, 间隔为5 nm。分别进行数据采集, 即得。

2.5 方法学考察

2.5.1 线性关系考察 分别精密量取制备好的混合对照品贮备液, 采用逐级稀释的方法, 即得不同质量浓度的混合对照品溶液。在“2.1”项色谱条件下进样, 以峰面积为纵坐标(Y), 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。

表2 各成分线性关系

| Tab. 2 Linear relationships of various constituents |                    |        |                                               |  |
|-----------------------------------------------------|--------------------|--------|-----------------------------------------------|--|
| 成分                                                  | 回归方程               | $r^2$  | 线性范围/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ) |  |
| 水合氧化前胡素                                             | $Y=5.3317X+0.0493$ | 0.9999 | 0.0195~20                                     |  |
| 佛手柑内酯                                               | $Y=4.8079X+0.0245$ | 0.9999 | 0.0195~20                                     |  |
| 氧化前胡素                                               | $Y=6.3208X-3.0318$ | 0.9999 | 0.195~200                                     |  |
| 欧前胡素                                                | $Y=1.042X-1.6926$  | 0.9990 | 0.195~200                                     |  |
| 异欧前胡素                                               | $Y=11.222X-2.6724$ | 0.9999 | 0.0977~100                                    |  |

2.5.2 定量下限 按10倍信噪比计算, 水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素的定量下限分别为10、10、10、20、10 ng/mL。

2.5.3 精密度试验 取对照品溶液5  $\mu\text{L}$ , 在“2.1”项色谱条件下连续进样7针, 水合氧化前胡素保留时间RSD为0.06%, 峰面积RSD为0.92%; 佛手柑内酯保留时间RSD为0.08%, 峰面积RSD为0.80%; 氧化前胡素保留时间RSD为0.08%, 峰面积RSD为0.83%; 欧前胡素保留时间RSD为0.03%, 峰面积RSD为0.87%; 异欧前胡素保留时间RSD为0.03%, 峰面积RSD为0.96%, 表明仪器精密度良好。

2.5.4 稳定性试验 取同一供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下, 分别于0、4、8、12、24 h进样5  $\mu\text{L}$ , 测定水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素的峰面积, 其中RSD分别为0.77%、0.76%、0.35%、0.70%、0.33%, 表明供试品溶液在24 h内稳定性良好。

2.5.5 重复性试验 取同一批样品6份, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下分别进样。测得水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素的平均含量分别为0.36、0.35、3.76、2.84、1.08 mg/g, RSD分别为2.56%、4.17%、1.81%、1.86%、1.02%, 表明该方法重复性良好。

2.5.6 加样回收率试验 精密称取已知含有量的四川白芷粉末0.5 g, 分别精密加入混合对照品溶液1 mL, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下测定, 计算各成分回收率。结果见表3。

2.6 样品含量测定 精密称取不同产地21批白芷粉末各1 g, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下进样测定, 以外标法计算水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素的含量, 结果见表4。

3 讨论

3.1 荧光检测波长确定 按“2.4”项下方法得水合氧化前胡素、佛手柑内酯、氧化前胡素、欧前胡素、异欧前胡素的最大激发波长区间分别为259~262、259~262、255~258、253~254、259~260 nm, 最大发射波长分别为494~498、495~500、486~490、484~487、484~487 nm。并以氧化前胡素为例展示其激发及发射波长曲线。为确保5种成分同时均有较强吸收, 最终确定了荧光检测器的Ex为259 nm, Em为490 nm。

3.2 色谱条件优化 在实验过程中, 流动相为纯水-乙腈时, 出现了拖尾现象。加入0.1%甲酸后能够有效改善峰拖尾现象。最后对梯度洗脱比例进行了摸索, 在保证 $R\geq 1.5$ 的前提下, 使分析时间在15 min内达到全部分离。

3.3 荧光检测器与紫外检测器比较 荧光分析方法的主要优点是灵敏度高, 选择性好, 检测限达 $10^{-10}$  g/mL, 相较紫外-可见分光光度法低3个数量级以上。本研究发现白芷样品的紫外色谱图在峰1(水合氧化前胡素)和峰3(氧化前胡素)处有其他物质干扰, 而其荧光色谱图不存在干扰峰, 且荧光色谱峰基线平稳。因此, 本研究所建立的荧光检测方法图谱杂质干扰少, 选择性强, 分离度好, 灵敏度高。

3.4 结果分析 2015年版《中国药典》一部以欧前胡素为指标成分来评价白芷质量, 欧前胡素的总量不得低于0.080%<sup>[1]</sup>。本研究采用UPLC-FLD法

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      | 原有量/mg | 加入量/mg | 测得量/mg | 回收率/%  | 平均回收率/% |
|---------|--------|--------|--------|--------|---------|
| 水合氧化前胡素 | 0. 184 | 0. 19  | 0. 370 | 97. 8  | 102. 1  |
|         | 0. 179 | 0. 19  | 0. 375 | 103. 3 |         |
|         | 0. 181 | 0. 19  | 0. 375 | 102. 0 |         |
|         | 0. 181 | 0. 19  | 0. 375 | 101. 8 |         |
|         | 0. 182 | 0. 19  | 0. 376 | 101. 8 |         |
|         | 0. 181 | 0. 19  | 0. 382 | 105. 8 |         |
| 佛手柑内酯   | 0. 180 | 0. 18  | 0. 378 | 109. 9 | 102. 5  |
|         | 0. 178 | 0. 18  | 0. 360 | 101. 4 |         |
|         | 0. 176 | 0. 18  | 0. 356 | 100. 1 |         |
|         | 0. 175 | 0. 18  | 0. 353 | 98. 4  |         |
|         | 0. 174 | 0. 18  | 0. 364 | 105. 3 |         |
|         | 0. 179 | 0. 18  | 0. 359 | 100. 1 |         |
| 氧化前胡素   | 1. 930 | 1. 89  | 3. 853 | 101. 7 | 101. 2  |
|         | 1. 852 | 1. 89  | 3. 767 | 101. 4 |         |
|         | 1. 903 | 1. 89  | 3. 805 | 100. 7 |         |
|         | 1. 880 | 1. 89  | 3. 759 | 99. 5  |         |
|         | 1. 862 | 1. 89  | 3. 744 | 99. 6  |         |
|         | 1. 858 | 1. 89  | 3. 832 | 104. 4 |         |
| 欧前胡素    | 1. 447 | 1. 5   | 2. 904 | 97. 1  | 98. 7   |
|         | 1. 394 | 1. 5   | 2. 850 | 97. 1  |         |
|         | 1. 425 | 1. 5   | 2. 929 | 100. 3 |         |
|         | 1. 420 | 1. 5   | 2. 869 | 96. 5  |         |
|         | 1. 402 | 1. 5   | 2. 883 | 98. 7  |         |
|         | 1. 399 | 1. 5   | 2. 913 | 101. 0 |         |
| 异欧前胡素   | 0. 550 | 0. 55  | 1. 104 | 100. 7 | 100. 2  |
|         | 0. 532 | 0. 55  | 1. 082 | 100. 0 |         |
|         | 0. 541 | 0. 55  | 1. 083 | 98. 4  |         |
|         | 0. 541 | 0. 55  | 1. 093 | 100. 4 |         |
|         | 0. 534 | 0. 55  | 1. 082 | 99. 6  |         |
|         | 0. 535 | 0. 55  | 1. 092 | 101. 4 |         |

表 4 不同产地样品中各成分含有量测定结果 (mg/g)

Tab. 4 Results of content determination of various constituents in samples from different growing areas (mg/g)

| 编号 | 产地      | 水合氧化前胡素 | 佛手柑内酯 | 氧化前胡素 | 欧前胡素  | 异欧前胡素 |
|----|---------|---------|-------|-------|-------|-------|
| 1  | 陕西商洛    | 0. 11   | 0. 03 | 0. 01 | 0. 36 | 0. 28 |
| 2  | 陕西汉中    | 0. 20   | 0. 10 | 0. 01 | 1. 16 | 0. 50 |
| 3  | 陕西安康    | 0. 15   | 0. 07 | 0. 02 | 1. 09 | 0. 51 |
| 4  | 河北安国    | 0. 33   | 0. 33 | 2. 99 | 1. 79 | 0. 74 |
| 5  | 河北安国    | 0. 11   | 0. 23 | 2. 86 | 2. 30 | 0. 80 |
| 6  | 河南新乡    | 0. 45   | 0. 31 | 1. 17 | 2. 69 | 0. 76 |
| 7  | 浙江杭州    | 0. 73   | 0. 38 | 0. 95 | 2. 90 | 0. 90 |
| 8  | 浙江      | 0. 70   | 0. 35 | 0. 81 | 2. 62 | 0. 82 |
| 9  | 湖南      | 0. 33   | 0. 21 | 1. 20 | 2. 26 | 0. 68 |
| 10 | 湖南      | 0. 17   | 0. 05 | 0. 03 | 1. 03 | 0. 56 |
| 11 | 四川遂宁    | 0. 53   | 0. 09 | 0. 01 | 0. 83 | 0. 43 |
| 12 | 四川巴中    | 0. 51   | 0. 24 | 0. 85 | 2. 27 | 0. 83 |
| 13 | 四川      | 0. 48   | 0. 19 | 1. 11 | 2. 03 | 0. 68 |
| 14 | 四川(同仁堂) | 0. 36   | 0. 24 | 1. 26 | 2. 00 | 0. 86 |
| 15 | 安徽亳州    | 0. 39   | 0. 23 | 1. 10 | 2. 35 | 0. 74 |
| 16 | 安徽亳州    | 0. 65   | 0. 31 | 0. 94 | 3. 24 | 0. 84 |
| 17 | 安徽      | 0. 39   | 0. 23 | 0. 79 | 3. 26 | 0. 84 |
| 18 | 安徽      | 0. 42   | 0. 25 | 1. 09 | 2. 58 | 0. 74 |
| 19 | 安徽安庆    | 0. 43   | 0. 24 | 1. 39 | 2. 43 | 0. 82 |
| 20 | 安徽霍山    | 0. 31   | 0. 18 | 0. 75 | 2. 24 | 0. 66 |
| 21 | 安徽      | 0. 42   | 0. 14 | 0. 03 | 1. 60 | 0. 60 |



同时测定了不同地区共 21 批样品中 5 种香豆素的含有量, 结果表明安徽白芷中欧前胡素含有量最高, 达到 3.26 mg/g; 而陕西商洛白芷中欧前胡素含有量最低, 低至 0.36 mg/g。此外, 结果表明, 浙江白芷中水合氧化前胡素和氧化前胡素含有量最高, 分别为 0.73、0.95 mg/g; 而河北白芷中佛手柑内酯和氧化前胡素含有量最高, 分别为 0.33、2.99 mg/g。

3.5 指标性成分选择 文献报道水合氧化前胡素、佛手柑内酯、欧前胡素、异欧前胡素可吸收进入血液<sup>[8]</sup>, 且水合氧化前胡素、佛手柑内酯、异欧前胡素可透过血脑屏障到达脑组织<sup>[9]</sup>; 此外, 课题组利用 UPLC-FLD 检测白芷入血成分时发现氧化前胡素也可吸收进入血液, 表明这 5 种成分均直接影响着白芷的临床疗效。当以 5 种香豆素总含有量来评价白芷时, 大部分产地中 5 种香豆素总含有量较高, 但陕西及湖南产地总香豆素含有量较低, 5 种香豆素总含有量小于 2.0 mg/g。本研究所得香豆素总含有量较高的产地与文献报道的白芷 5 大产区河北 (祁白芷)、河南 (禹白芷)、四川 (川白芷)、杭州 (杭白芷)、安徽 (亳白芷) 相一致<sup>[20-21]</sup>。因此, 建议将水合氧化前胡素、佛手柑内酯、异欧前胡素、欧前胡素、氧化前胡素这 5 种成分作为白芷质量控制指标成分。

#### 4 结论

本研究建立的 UPLC-FLD 法选择性强, 灵敏度高, 重现性好, 对不同产地白芷中 5 种香豆素的含有量进行测定。该方法首次应用于白芷药材中香豆素含有量的检测, 相较于紫外检测器, 荧光检测器有其固有的特异性和选择性。以期为白芷药材的含有量测定提供一种新方法, 也为中药复杂体系及体内香豆素类成分含有量测定提供参考。

#### 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: 105-106.

[ 2 ] 邓改改, 杨秀伟, 张友波, 等. 川白芷根脂溶性化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(11): 2148-2156.

[ 3 ] 邓改改, 崔治家, 杨秀伟. 川白芷根极性化学成分研究 [J]. 中国中药杂志, 2015, 40(19): 3805-3810.

[ 4 ] Li B, Zhang X, Wang J, *et al.* Simultaneous characterisation of fifty coumarins from the roots of *Angelica dahurica* by off-line two-dimensional high-performance liquid chromatography coupled with electrospray ionisation tandem mass spectrometry [J]. *Phytochem Anal*, 2014, 25(3): 229-240.

[ 5 ] 苟美玲, 李 玲, 杨文字, 等. 虚拟筛选白芷治疗硝酸甘

油诱导的偏头痛的活性成分[J]. 中成药, 2014, 36(4): 789-795.

[ 6 ] 杜 晖, 吕 楠, 黄 洁, 等. 细胞膜色谱法筛选川芎-白芷中 5-HT 受体激动剂的研究[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(3): 490-494.

[ 7 ] 董 伟, 管雪静, 廖正根, 等. 白芷香豆素类化合物与 P-糖蛋白体外亲和和作用研究[J]. 中草药, 2016, 47(16): 2893-2896.

[ 8 ] Zhao A H, Zhang Y B, Yang X W. Simultaneous determination and pharmacokinetics of sixteen *Angelicae dahurica* coumarins *in vivo* by LC-ESI-MS/MS following oral delivery in rats [ J ]. *Phytomedicine*, 2016, 23 ( 10 ): 1029-1036.

[ 9 ] Yang Y F, Zhang L, Yang X W. Distribution assessments of coumarins from *Angelicae Pubescentis Radix* in rat cerebrospinal fluid and brain by liquid chromatography tandem mass spectrometry analysis[J]. *Molecules*, 2018, 23(1): 225.

[ 10 ] Singh G, Singh A, Singh P, *et al.* Bergapten ameliorates vincristine-induced peripheral neuropathy by inhibition of inflammatory cytokines and NFkappaB signaling [ J ]. *ACS Chem Neurosci*, 2019, 10(6): 3008-3017.

[ 11 ] He Y, Zisan Z, Lu Z, *et al.* Bergapten alleviates osteoarthritis by regulating the ANP32A/ATM signaling pathway [J]. *FEBS Open Bio*, 2019, 9(6): 1144-1152.

[ 12 ] Singh G, Kaur A, Kaur J, *et al.* Bergapten inhibits chemically induced nociceptive behavior and inflammation in mice by decreasing the expression of spinal PARP, iNOS, COX-2 and inflammatory cytokines [J]. *Inflammopharmacology*, 2019, 27(4): 749-760.

[ 13 ] Kang T J, Lee S Y, Singh R P, *et al.* Anti-tumor activity of oxypeucedanin from *Ostericum koreanum* against human prostate carcinoma DU145 cells [J]. *Acta Oncol*, 2009, 48 ( 6 ): 895-900.

[ 14 ] Yang H B, Gao H R, Ren Y J, *et al.* Effects of isoimperatorin on proliferation and apoptosis of human gastric carcinoma cells[J]. *Oncol Lett*, 2018, 15(5): 7993-7998.

[ 15 ] 丁 锐, 陈亚龙, 张海旭, 等. 都梁软胶囊和滴丸中川芎和白芷的鉴别和含量测定方法研究[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(12): 2168-2172.

[ 16 ] 冯毅凡, 钟若梅, 郭晓玲, 等. 白芷超临界 CO<sub>2</sub> 提取物的鉴别与含量测定[J]. 广东药学院学报, 2005, 21(6): 674-675.

[ 17 ] 吴晓毅, 巢志茂, 孙 文, 等. 基于近红外光谱技术对硫磺熏蒸白芷的定性鉴别和定量研究[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(10): 1863-1868.

[ 18 ] Zhang L, Wei W, Yang X W. Simultaneous quantification of nine new furanocoumarins in *Angelicae Dahuricae* Radix using ultra-fast liquid chromatography with emtandem mass spectrometry[J]. *Molecules*, 2017, 22(2): 322.

[ 19 ] Chepyala D, Tsai I L, Sun H Y, *et al.* Development and validation of a high-performance liquid chromatography-fluorescence detection method for the accurate quantification of colistin in hu-

man plasma[J]. *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci*, 2015, 980: 48-54.

[20] 王梦月,熊 英,贾敏如,等. 白芷的产销概况[J]. 华西药

药学杂志, 2002, 17(4): 305-306.

[21] 牛 倩,栗进才,郭伟娜,等. 白芷道地产区及种质的沿革与变迁[J]. 安徽农学通报, 2018, 24(13): 39-40.

一测多评法测定古羊藤中 3 种成分

卢森华<sup>1</sup>, 甘洋紫<sup>1</sup>, 陆玉丹<sup>2</sup>, 杨桂林<sup>2</sup>, 林 瑶<sup>3</sup>, 曾海生<sup>2\*</sup>  
(1. 玉林市食品药品检验检测中心, 广西 玉林 537000; 2. 右江民族医学院附属医院, 广西 百色 533000; 3. 右江民族医学院, 广西 百色 533000)

**摘要:** **目的** 建立一测多评法测定古羊藤中绿原酸、咖啡酸、4-甲氧基水杨醛的含有量。**方法** 古羊藤 80% 甲醇提取物的分析采用 Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub> 柱 (4.6 mm×150 mm, 5 μm); 流动相 0.2% 磷酸水溶液-甲醇, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 ℃; 波长 230 nm。以绿原酸为内标, 计算咖啡酸、4-甲氧基水杨醛的相对校正因子, 再测定其含有量。**结果** 绿原酸、咖啡酸、4-甲氧基水杨醛分别在 17.85~89.27 μg/mL ( $r=0.999\ 9$ )、5.38~26.90 μg/mL ( $r=0.999\ 9$ )、3.69~18.47 μg/mL ( $r=0.999\ 9$ ) 范围内线性关系良好; 平均回收率分别为 99.80%、99.79%、101.63%, RSD 分别为 2.4%、1.9%、1.8%。一测多评法所得结果接近于外标法。**结论** 该方法简便、稳定、准确、可靠, 可用于古羊藤的质量控制。

**关键词:** 古羊藤; 绿原酸; 咖啡酸; 4-甲氧基水杨醛; 一测多评

**中图分类号:** R284.1      **文献标志码:** A      **文章编号:** 1001-1528(2020)09-2362-06

**doi:** 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.09.022

Determination of three constituents in *Streptocaulon griffithii* by QAMS

LU Sen-hua<sup>1</sup>, GAN Yang-ying<sup>1</sup>, LU Yu-dan<sup>2</sup>, YANG Gui-lin<sup>2</sup>, LIN Yao<sup>3</sup>, ZENG Hai-sheng<sup>2\*</sup>  
(1. Yulin Center for Food and Drug Control, Yulin 537000, China; 2. Affiliated Hospital of Youjiang Medical University for Nationalities, Baise 533000, China; 3. Youjiang Medical University for Nationalities, Baise 533000, China)

**KEY WORDS:** *Streptocaulon griffithii* Hook; chlorogenic acid; caffeic acid; 4-methoxysalicylaldehyde; QAMS

古羊藤 *Streptocaulon griffithii* Hook 为萝藦科马莲鞍属藤本植物, 以根入药, 又名马莲鞍、藤苦参等<sup>[1]</sup>。具有清热解毒、散瘀止痛的功效, 主要用于治疗湿热腹泻、心胃气痛、感冒发热、跌打损伤等症<sup>[2]</sup>, 是 2015 年版《中国药典》收载的傣药“雅叫哈顿散”中的主治药之一<sup>[3]</sup>, 具有较高的药用价值。现代药理研究表明古羊藤有多种潜在的抗肿瘤、抑菌、抗病毒等活性<sup>[4-6]</sup>。古羊藤化学成分复杂, 从该植物中已分离鉴别出强心苷类、萜类和酚酸类等成分<sup>[7-10]</sup>, 其中强心苷是古羊藤发挥其抗肿瘤作用的重要物质基础<sup>[4]</sup>, 酚酸类化合物有较广泛的抑菌、抗病毒活性<sup>[11]</sup>。

关于古羊藤药材的现行质量标准, 仅有广西和贵州的地方中药材标准收载<sup>[1]</sup>, 并且过于简单, 仅有性状描述, 无含有量测定项, 无法有效控制其质量<sup>[12]</sup>。含有量测定是控制中药质量的有效手段, 罗宇东等<sup>[13]</sup>采用 UV 法测定古羊藤中有效成分的含有量, 但当前国内外尚无采用一测多评法测定其含有量的报道。一测多评法 (QAMS) 基于多指标质量控制的研究思路, 成为中药及其制剂质量评价的新模式<sup>[14]</sup>。本实验建立一测多评法测定古羊藤中绿原酸、咖啡酸、4-甲氧基水杨醛的含有量, 以期为进一步评价和控制古羊藤药材质量提供依据。

收稿日期: 2019-11-21

基金项目: 广西壮族自治区中医药管理局自筹经费科研课题 (GZZC2019147); 右江民族医学院校级科研项目 (yy2018ky018)

作者简介: 卢森华 (1985—), 男, 硕士, 主管药师, 从事食品药品质量评价与研究工作。E-mail: 185143773@qq.com

\* 通信作者: 曾海生 (1984—), 男, 硕士, 主管药师, 从事中药质量标准研究与建立工作。E-mail: 591257094@qq.com