

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¹, 甘洋紫¹, 陆玉丹², 杨桂林², 林 瑶³, 曾海生^{2*}
(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-C₁₈ 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-hua¹, GAN Yang-ying¹, LU Yu-dan², YANG Gui-lin², LIN Yao³, ZENG Hai-sheng^{2*}
(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^[1]。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^[2], 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^[3], 具有较高的药用价值。现代药理学研究表明古羊藤有多种潜在的抗肿瘤、抑菌、抗病毒等活性^[4-6]。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^[7-10], 其中强心苷是古羊藤发挥其抗肿瘤作用的重要物质基础^[4], 酚酸类化合物有较广泛的抑菌、抗病毒活性^[11]。

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^[1], 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^[12]。含有量测定是控制中药质量的有效手段, 罗宇东等^[13]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^[14]。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

1 材料

1.1 仪器 1260 Infinity 型高效液相色谱仪（配置 G1311C 型四元泵、G1329B 型进样器、G1 316 A 型柱温箱、G1315D 型检测器，美国安捷伦公司）；UltiMate3000 型高效液相色谱仪（配置 HPG-3400SD 四元泵、WPS-3000TSL 进样器、TCC-300SD 柱温箱、DAD-3000RS 检测器，美国赛默飞世尔公司）；XS-205Du 型电子分析天平 [梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司]；KQ-500GDV 型超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）；501 型超级恒温水浴锅（金坛市医疗仪器厂）；Synergy® UV 型超纯水机（美国密理博公司）。

1.2 试剂与药物 古羊藤药材采自广西各地，药材来源主要是采购和野外采集，信息见表 1，经玉林市食品药品检验检测中心中药室黎小伟主任中药师鉴定为正品，符合 1990 年版《广西中药材标准》项下规定。绿原酸（110753-201415，纯度 96.2%）、咖啡酸（110885-200102，纯度 100%）、4-甲氧基水杨醛（110790-201404，纯度 99.0%）对照品均由中国食品药品检定研究院提供。乙腈、甲醇（色谱纯，德国默克公司）；磷酸（优级纯，天津市光复精细化工研究所）；水为超纯水，其他所用试剂均为分析纯。

表 1 样品信息
Tab. 1 Information of samples

编号	产地	采收日期
S1	百色靖西	2018. 05
S2	百色田阳	2018. 05
S3	百色隆林	2018. 07
S4	百色德保	2018. 07
S5	百色田林	2018. 07
S6	玉林兴业	2018. 08
S7	玉林容县	2018. 08
S8	玉林北流	2018. 08
S9	河池南丹	2018. 09
S 10	河池天娥	2018. 09
S 11	河池东兰	2018. 09

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱（4.6×150 mm，5μm）；流动相甲醇（A）-0.2% 磷酸水溶液（B），梯度洗脱（0~5 min，15.0% A；5~40 min，15.0%~70.0% A）；体积流量 1.0 mL/min；柱温 30℃；波长 230 nm；进样量 5 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 混合对照品溶液 精密称取绿原酸对照品 11.60 mg、咖啡酸对照品 6.72 mg、4-甲氧基水杨

醛对照品 11.66 mg，分别置于不同的 25 mL 量瓶中，加适量甲醇超声（500 W，40 kHz）使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得单一对照品溶液。再分别精密量取上述绿原酸溶液 2.0 mL、咖啡酸溶液 1.0 mL、4-甲氧基水杨醛溶液 0.4 mL，置于同一 10 mL 量瓶中并用甲醇定容，即得混合对照品溶液。（每 1 mL 混合对照品溶液含绿原酸 89.27 μg、咖啡酸 26.90 μg、4-甲氧基水杨醛 18.47 μg）。

2.2.2 供试品溶液 取古羊藤样品约 2 g，精密称定，置于 100 mL 锥形瓶中，精密加入 80% 甲醇 25.0 mL，称定质量，超声（500 W，40 kHz）提取 30 min，放冷，用 80% 甲醇补足减失质量，溶液过滤，取续滤液，即得。

2.3 方法学考察

2.3.1 系统适应性与专属性试验 分别精密吸取混合对照品溶液与供试品溶液各 5 μL，在“2.1”项条件下测定，供试品中相应的色谱峰与绿原酸、咖啡酸、4-甲氧基水杨醛对照品色谱峰保留时间、原始紫外光谱和一阶导数光谱一致，并与其他共存成分的分离度大于 1.5，理论塔板数均大于 5 000。色谱图见图 1。

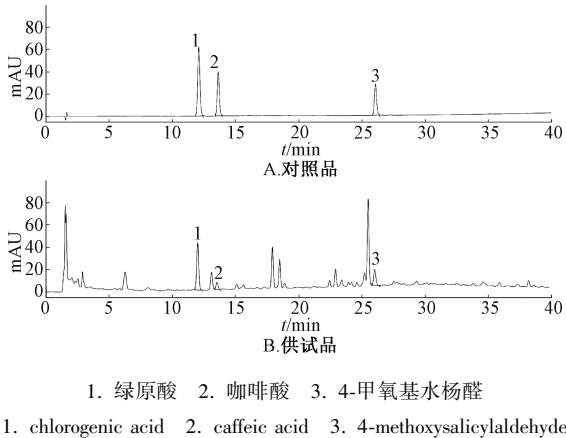


图 1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

2.3.2 线性关系考察 分别精密吸取“2.2.1”项下混合对照品溶液 0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.6、2.0 mL，分别置 2.0 mL 量瓶中，加 80% 甲醇定容至刻度，摇匀，制成系列混合对照品溶液，在“2.1”项条件下分别进样 5 μL，以目标峰峰面积为纵坐标（Y），质量浓度为横坐标（X），进行回归，结果见表 2。表明各成分在各自范围内线性关系良好。

2.3.3 精密度试验 取“2.2.2”项下同一供试品溶液，在“2.1”项条件下连续进样 6 次，测得绿原

表 2 各成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/ (μg·mL ⁻¹)
绿原酸	Y=8.533 70X+0.673 432	0.999 9	17.85~89.27
咖啡酸	Y=16.852 14X+1.080 38	0.999 0	5.38~26.90
4-甲氧基水杨醛	Y=18.558 70X+0.183 361	0.999 9	3.69~18.47

酸、咖啡酸、4-甲基氧水杨醛峰面积 RSD 分别为 1.3%、1.4%、1.4%，表明仪器精密度高。

2.3.4 重复性试验 取 S1 号古羊藤样品 6 份，每份 2 g，精密测定，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项条件下分别进样 5 μL，测得绿原酸、咖啡酸、4-甲氧基水杨醛含有量 RSD 分别为 4.8%、2.6%、1.8%，表明该方法重复性良好。

2.3.5 稳定性试验 取“2.2.2”项下同一供试

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/μg	加入量/μg	测得量/μg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
绿原酸	1.047 2	666.0	331.9	993.8	98.76	99.80	2.4
	1.004 3	638.7	331.9	965.8	98.54		
	1.000 5	636.3	331.9	960.4	97.64		
	1.008 8	641.6	331.9	987.8	104.30		
	1.043 6	663.7	331.9	994.8	99.76		
	1.006 1	639.9	331.9	971.1	99.81		
咖啡酸	1.047 2	56.63	118.5	178.1	102.47	99.79	1.9
	1.004 3	54.31	118.5	173.2	100.30		
	1.000 5	54.11	118.5	172.5	99.92		
	1.008 8	54.56	118.5	174.0	100.76		
	1.043 6	56.44	118.5	171.6	97.17		
	1.006 1	54.41	118.5	170.7	98.12		
4-甲基氧水杨醛	1.047 2	100.90	100.5	203.7	102.25	101.63	1.8
	1.004 3	96.76	100.5	199.5	102.23		
	1.000 5	96.40	100.5	201.3	104.35		
	1.008 8	97.20	100.5	198.4	100.71		
	1.043 6	100.55	100.5	202.2	101.17		
	1.006 1	96.94	100.5	196.5	99.06		

2.4 相对校正因子计算 精密吸取“2.2.1”项下混合对照品溶液，依法测定绿原酸、咖啡酸、4-甲基氧水杨醛的峰面积，以绿原酸为内标，按公式 $f_{si}=f_i/f_i=(A_s/C_s)/(A_i/C_i)$ ，其中 A_s 绿原酸内标峰面积， C_s 为绿原酸内标物浓度， A_i 为待测成分咖啡酸或 4-甲基氧水杨醛峰面积， C_i 为待测成分咖啡酸或 4-甲基氧水杨醛浓度）计算相对校正因子。结果显示咖啡酸、4-甲氧基水杨醛相对校正因子分别为 0.504、0.460，RSD 分别为 0.4%、0.3%，结果见表 4。

2.5 系统耐用性考察

2.5.1 进样量 精密吸取“2.2.1”项下混合对

2364

品溶液，在“2.1”项条件下，分别于 1、2、4、6、12、24 h 进样，测得绿原酸、咖啡酸、4-甲基氧水杨醛含有量 RSD 分别为 0.4%、1.1%、0.1%，表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.6 加样回收率试验 取已测定含有量的 S₁ 号古羊藤样品 6 份，每份约 1 g，精密称定，另精密称取绿原酸对照品 6.90 mg、咖啡酸对照品 2.37 mg、4-甲氧基水杨醛对照品 2.03 mg，置 500 mL 量瓶中，加适量 80% 甲醇超声使溶解，并稀释至刻度，摇匀，即得混合对照品贮备液。分别在上述 6 份样品中精密加入混合对照品贮备液 25 mL，按“2.2”项下方法制备供试品品溶液，在“2.1”项条件下分别进样 5 μL，记录各成分峰面积并计算回收率，结果见表 3。

表 4 各成分相对校正因子

Tab. 4 Relative correction factors of various constituents

编号	相对校正因子	
	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛
1	0.500	0.463
2	0.504	0.461
3	0.504	0.460
4	0.504	0.460
5	0.505	0.460
6	0.505	0.459
7	0.506	0.461
平均值	0.504	0.460
RSD/%	0.4	0.3

照品溶液，在“2.1”项条件下分别进样 4、5、6 μL ，考察不同进样体积对相对校正因子的影响。结果见表 5，结果显示，不同进样体积对相对校正因子影响程度不明显，咖啡酸、4-甲氧基水杨醛相对校正因子 RSD 分别为 0.1%、0.09%，相对保留时间 RSD 分别为 0.03%、0.1%。

表 5 不同进样量的相对校正因子
Tab. 5 Relative correction factors of different injection volumes

进样量/ μL	相对校正因子		相对保留时间	
	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛
4	0.545	0.438	1.126	2.153
5	0.545	0.438	1.126	2.154
6	0.544	0.438	1.127	2.158
平均值	0.545	0.438	1.126	2.155
RSD/%	0.1	0.09	0.03	0.1

2.5.2 仪器和色谱柱 选择 Agilent 1260 和 Ulti-Mate3000 高效液相色谱仪，以及 Atlantis[®] T₃ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)、ZORBAX SB C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)、Eclipse Plus C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm) 色谱柱，考察不同仪器、不同色谱柱对相对校正因子的影响。结果见表 6，结果显示，不同仪器、不同色谱柱对相对校正因子影响程度在可接受范围内，咖啡酸、4-甲氧基水杨醛相对校正因子 RSD 分别为 2.3%、3.5%。

表 6 不同仪器和色谱柱上相对校正因子
Tab. 6 Relative correction factors on different instruments and columns

仪器	色谱柱	相对校正因子	
		咖啡酸	4-甲氧基水杨醛
Agilent 1260	ZORBAX SB C ₁₈	0.546	0.439
	Eclipse Plus C ₁₈	0.547	0.430
	Atlantis [®] T ₃	0.550	0.447
UltiMate3000	ZORBAX SB C ₁₈	0.555	0.439
	Eclipse Plus C ₁₈	0.579	0.454
	Atlantis [®] T ₃	0.565	0.474
	平均值	0.557	0.447
	RSD/%	2.3	3.5

2.5.3 体积流量 精密吸取“2.2.1”项下混合对照品溶液 5 μL ，在“2.1”项条件下进样，考察 0.9、1.0、1.1 mL/min 3 个不同体积流量对相对校正因子的影响。结果见表 7，结果显示，不同体积流量对相对校正因子影响程度不明显，咖啡酸、4-甲氧基水杨醛相对校正因子 RSD 分别为 0.4%、0.1%，相对保留时间 RSD 分别为 0.06%、1.0%。

2.5.4 柱温 精密吸取“2.2.1”项下混合对照品溶液 5 μL ，在“2.1”项条件下进样，考察 20、25、30 $^{\circ}\text{C}$ 3 个不同柱温对相对校正因子的影响。

表 7 不同体积流量的相对校正因子
Tab. 7 Relative correction factors of different volume flow rate

体积流量/ ($\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$)	相对校正因子		相对保留时间	
	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛
0.9	0.522	0.457	1.126	2.140
1.0	0.518	0.456	1.127	2.157
1.1	0.520	0.457	1.127	2.182
平均值	0.520	0.457	1.127	2.160
RSD/%	0.4	0.1	0.06	1.0

结果见表 8，结果显示，不同柱温对相对校正因子影响程度不明显，咖啡酸、4-甲氧基水杨醛相对校正因子 RSD 分别为 0.5%、1.3%，相对保留时间 RSD 分别为 0.1%、4.6%。

表 8 不同柱温的相对校正因子
Tab. 8 Relative correction factors of different column temperature

柱温/ $^{\circ}\text{C}$	相对校正因子		相对保留时间	
	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛
20	0.524	0.453	1.129	2.068
25	0.519	0.457	1.127	2.161
30	0.520	0.464	1.126	2.268
平均值	0.521	0.458	1.128	2.165
RSD/%	0.5	1.3	0.1	4.6

2.5.5 波长 精密吸取“2.2.1”项下混合对照品溶液 5 μL ，在“2.1”项条件下进样，考察 228、230、232 nm 3 个不同测定波长对相对校正因子的影响。结果见表 9，结果显示，不同测定波长对相对校正因子影响程度不明显，咖啡酸、4-甲氧基水杨醛相对校正因子 RSD 分别为 1.4%、2.4%，相对保留时间 RSD 均为 0。

表 9 不同测定波长的相对校正因子
Tab. 9 Relative correction factors of different measuring wavelengths

检测波长/ nm	相对校正因子		相对保留时间	
	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛	咖啡酸	4-甲氧基水杨醛
228	0.560	0.455	1.121	2.028
230	0.550	0.442	1.121	2.028
232	0.544	0.464	1.121	2.028
平均值	0.552	0.454	1.121	2.028
RSD/%	1.4	2.4	0	0

2.6 色谱峰定位 分别考察相对保留时间在不同仪器、色谱柱中的重复性。结果见表 10，结果显示，不同测定波长对相对保留时间影响程度不明显，RSD 分别为 0.5%、9.4%，故选择绿原酸作为色谱峰定位指标。

2.7 样品含有量测定 经方法学优化和考察后，采用以上建立的 QAMS 法，对 11 批样品中咖啡酸、

4-甲基氧水杨醛的含有量进行测定，为了考察 QAMS 法的准确性^[15]，把 QAMS 的测定结果与外标法（ESM）测定结果进行了比较。表明所建立的方法具有较好的可信度，结果见表 11。

表 10 不同仪器和色谱柱上相对保留时间

Tab. 10 Relative retention time on different instruments and columns

仪器	色谱柱	相对保留时间	
		咖啡酸	4-甲基氧水杨醛
Agilent 1260	Agilent ZORBAX SB C ₁₈	1. 127	2. 154
	Agilent Eclipse Plus C ₁₈	1. 122	1. 860
	Atlantis® T3	1. 131	1. 761
Thermo U3000	Agilent ZORBAX SB C ₁₈	1. 119	2. 144
	Agilent Eclipse Plus C ₁₈	1. 118	1. 853
	Atlantis® T3	1. 130	1. 758
平均值		1. 125	1. 922
RSD/%		0. 5	9. 4

表 11 各成分含有量测定结果（μg/g）

Tab. 11 Results of content determination of various constituents（μg/g）

编号	绿原酸	咖啡酸			4-甲基氧水杨醛		
		外标法	一测多评法	准确度/%	外标法	一测多评法	准确度/%
S1	708. 79	56. 13	56. 60	100. 8	124. 18	124. 30	100. 1
S2	327. 04	12. 64	13. 34	105. 5	53. 77	53. 80	100. 1
S3	577. 34	24. 03	24. 68	102. 7	75. 62	75. 72	100. 1
S4	356. 23	24. 05	24. 67	102. 6	66. 17	66. 20	100. 1
S5	432. 59	32. 05	32. 62	101. 8	64. 92	64. 99	100. 1
S6	427. 29	29. 12	29. 72	102. 1	65. 89	65. 95	100. 1
S7	174. 52	8. 20	8. 91	108. 7	35. 41	35. 39	99. 9
S8	184. 21	8. 54	9. 25	108. 3	32. 71	32. 70	100. 0
S9	374. 96	12. 69	13. 38	105. 5	56. 45	56. 50	100. 1
S 10	350. 69	14. 41	15. 10	104. 8	53. 42	53. 46	100. 1
S 11	338. 43	10. 77	11. 48	106. 6	51. 05	51. 09	100. 1

4-甲氧基水杨醛存在于古羊藤中。并且绿原酸为古羊藤的重要质量标志物，因此以绿原酸为内标，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。本实验验证了该方法的精密度的、重现性、稳定性、系统适应性和一测多评法的准确性，并对一测多评法的适用性和可行性进行探讨。结果表明，一测多评法推算的含有量与外标法所得含有量没有显著性差异，表明实验建立的相对校正因子具有较好的可信度^[19]。

随着一测多评法在《中国药典》中的应用越来越广泛^[20]，本实验建立的一测多评方法可对古羊藤进行多药效成分指标的综合评价，以期为建立科学合理的古羊藤质量评价方法，提高其质量控制标准提供参考。

参考文献：

[1] 中国科学院《中国植物志》编辑委员会. 中国植物志[M].

3 讨论

本实验参考文献 [16-18]，分别考察了提取方法（加热回流和超声）、提取溶剂（30%、50%、70%、80%、100% 甲醇）、料液比（15、25、50、100 mL）、提取时间（30、45、60、90、120 min），发现用 80% 甲醇超声提取 30 min 后所得的峰基线平稳，色谱图中检测成分较多且峰形较好。本实验还考察了流动相、色谱柱、柱温、进样量对古羊藤样品溶液分离效果的影响^[16-17]。确定“2. 1”项下条件。

传统中医的整体观要求对中药材进行多药效成分指标的综合评价^[18]。为了确保质量标准中定量指标的正确，通过采用保留时间定性、紫外光谱和一阶导数光谱匹配等方法确证了绿原酸、咖啡酸、

北京：科学出版社，2004：267.

[2] 广西壮族自治区卫生厅. 广西中药材标准（1990 版）[S]. 南宁：广西科学技术出版社，1992：36.

[3] 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，2015：257；1584.

[4] 朱晓雨，白一丹，李思谦，等. 藤苦参强心苷抗肿瘤作用研究进展[J]. 药学进展，2018，42(6)：459-465.

[5] 栾连军，王叶飞，张琳，等. 藤苦参素的体外抗肿瘤活性及其对癌细胞凋亡的作用[J]. 药学学报，2007，42(1)：104-107.

[6] 梁红，申俊杰，李日伦，等. 古羊藤提取物对正常小鼠急性毒性实验研究[J]. 解放军预防医学杂志，2019，37(10)：153-155.

[7] 张琳，王叶飞，徐丽珍. 藤苦参化学成分研究[J]. 中国药学杂志，2007，6(42)：420-422.

[8] 席鹏洲，秦亚丽，王跃，等. 马莲鞍化学成分研究[J]. 西北农林科技大学学报（自然科学版），2011，39(8)：185-189.

[9] Ma C H, Huang T F, Qi H Y, et al. Chemical study of *Streptocaulon griffithii* [J]. *Chin J Appl Environ Biol*, 2005, 11

(3): 265-270.

[10] Zhou J S, Zhang T T, Chen J J, *et al.* Chemical constituents from the roots of *Streptocaulong riffithii*[J]. *Chin J Nat Med*, 2009, 7(2): 108-110.

[11] 严永旺, 肖 兰, 周 旭, 等. 绿原酸的药理作用及药用研发对策[J]. 中国药房, 2017, 28(19): 2729-2732

[12] 彭 霞, 王志杰, 林艳芳. 倭药藤苦参质量标准研究[J]. 中国民族民间医药杂志, 2009, 18(1): 30-31.

[13] 罗宇东, 谭安蕾, 陆施衡, 等. 壮药藤苦参中强心苷的含量测定及不同产地采收季节对药材含量的影响[J]. 中国当代医药, 2018, 25(12): 14-17.

[14] 王智民, 钱忠直, 张启伟, 等. 一测多评法建立的技术指南[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(6): 657-658.

[15] 秦昆明, 杨 冰, 胡 静, 等. 一测多评法在中药多组分质量控制中的应用现状与思考[J]. 中草药, 2018, 49(3): 725-731.

[16] 朱粉霞, 张亚丽, 汪 晶, 等. 一测多评法测定金银花复方制剂中新绿原酸、绿原酸和隐绿原酸[J]. 中成药, 2013, 35(12): 2666-2671.

[17] 张 倩, 张加余, 董鲁艳, 等. 一测多评法测定清开灵注射液中的绿原酸类成分[J]. 中成药, 2014, 36(4): 768-772.

[18] 杨 菲, 王智民, 张启伟, 等. “一测多评”法测定丹酚酸类成分的含量[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(17): 2372-2379.

[19] 王 欣, 覃 瑶, 王德江, 等. 一测多评法在中药质量控制中的应用进展[J]. 中成药, 2016, 38(2): 395-402.

[20] 杨 洋, 黄良永, 朱美玲, 等. 一测多评法在中国药典 2015 年版中的应用[J]. 中南药学. 2017, 15(12): 1738-1741.

基于 UPLC 替代对照品法测定大蒜中大蒜辣素

杨 亮^{1,4}, 罗春霞¹, 刘钟山¹, 贺俊妮², 杨光勇³, 关 明^{1*}
(1. 新疆师范大学化学化工学院, 新疆 乌鲁木齐 830054; 2. 陕西师范大学化学化工学院, 陕西 西安 710062; 3. 新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院, 新疆 乌鲁木齐 830011; 4. 新疆警察学院, 新疆 乌鲁木齐 830011)

摘要: **目的** 基于 UPLC 建立替代对照品法测定大蒜中的大蒜辣素。**方法** 新鲜蒜泥甲醇提取物的分析采用 Waters Acquity BEH C₁₈ 柱 (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm); 流动相乙腈-0.1% 甲酸水溶液; 柱温 30 ℃; 体积流量 0.3 mL/min; 检测波长 242 nm。**结果** 大蒜辣素、羟苯乙酯在 36.02~564.74、12.93~206.80 μg/mL 范围内线性关系良好 ($r \geq 0.999\ 8$), 加样回收率 98.8%~100.9%, 定量下限 1.73~2.03 mg/kg。外标法与替代对照品法测定结果无统计学差异 ($P>0.05$)。**结论** 该方法准确稳定, 重复性好, 可用于大蒜的质量控制。
关键词: 大蒜; 大蒜辣素; 羟苯乙酯; UPLC; 替代对照品法
中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2020)09-2367-05
doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.09.023

Determination of allicin in *Allium stantivum* by replacement method of chemical reference substance based on UPLC

YANG Liang^{1,4}, LUO Chun-xia¹, LIU Zhong-shan¹, HE Jun-ni², YANG Guang-yong³, GUAN Ming^{1*}
(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Xinjiang Normal University, Urumqi 830054, China; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China; 3. Product Quality Supervision and Inspection Institute of Xinjiang Uygur Autonomous Region, Urumqi 830011, China; 4. Xinjiang Police College, Urumqi 830011, China)

KEY WORDS: *Allium stantivum* L.; allicin; hydroxyphenylethyl ester; UPLC; replacement method of

收稿日期: 2019-08-02
基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (21465023, 31040007)
作者简介: 杨 亮 (1991—), 男, 硕士, 从事天然产物分离分析及质量控制方法研究。Tel: 13109910604, E-mail: 1710291282@qq.com
* 通信作者: 关 明 (1974—), 博士生导师, 从事仪器分析新方法研究。Tel: 13579901303, E-mail: 635880760@qq.com