取的还高 5% 左右，且远高于文献报道的其他细辛中甲基丁香酚含量[8-11]；辽细辛中含量较高的致癌物质黄樟醚和爱草醚却并未检出；而本文检出的豆甾-4-烯-3-酮、6，6-Dimethyl-2-methylene-bicyclo［3. 1. 1］heptan-3-ol、7-Acetyl-2-hydroxy-2-methyl-5-isopropylbicyclo［4. 3. 0］nonane、桃金娘烯醇在其他细辛类相关文献报道中并未检出，说明双叶细辛与其他常用细辛在化学成分及相对含量方面存在一定差异，这可能与文献报道多为水蒸汽蒸馏法提取，极性稍大的化合物不能被完全提取出来，且不同地区的气候、土壤等生产条件不同而引起的变化造成。

参考文献：

[1] 江苏新医学院. 中药大词典（上册）［M］. 上海：上海科学技术出版社，2002，1477-1481.
[2] 张 瑶，宋志永，王林丽. 细辛的药理作用及临床应用［J］. 中国药业，2007，16（14）：62-63.
[3] 谢 伟，陆满文. 细辛挥发油的化学与药理作用［J］. 宁夏医学杂志，1995，17（2）：21-124.
[4] 张 峰，付绍平，徐 青，等. 细辛 GC 指纹图谱的初步研究［J］. 中国中药杂志，2004，29（5）：411-413.
[5] 瞿万云，余爱农，王世豪，等. 超临界 CO_2 萃取苕叶细辛挥发油［J］. 精细化工，2003，20（11）：689-690，699.
[6] 胡熙明，张文康，朱庆生. 中华本草［M］. 上海：上海科学技术出版社，1999：2089.
[7] 曾虹燕，金永钟、包罗涛，等. 不同方法提取的辽细辛挥发油指纹图谱分析［J］. 测试技术学报，2004，18（3）：232-236.
[8] 吴艳蓉，贾凌云，高福坤，等. 不同产地和采收期辽细辛挥发油的含量测定［J］. 沈阳药科大学学报，2006，23（5）：285-288.
[9] 孙海英，陈海生. 辽细辛挥发油的气相-质谱分析［J］. 第二军医大学学报，1993，14（2）：193-195.
[10] 扈成浩，薛郭渊，李兆琳，等. 宁夏毛细辛挥发油化学成分研究［J］. 兰州大学学报（自然科学版），1989，25（2）：59-63.
[11] 回瑞华，魏 倩，盖泽广. 辽细辛挥发油化学成分的研究［J］. 辽宁大学学报（自然科学版），1993，20（2）：87-92.

RP-HPLC 同时测定西洋参总皂苷转化产物中人参皂苷 Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 的含量

张 泰[1]， 袁 萍[1*]， 茅仁刚[1]， 张 华[2]
（1. 上海师范大学生命与环境科学学院，上海 200234；2. 上海新康制药厂，上海 201418）

关键词：人参皂苷 Rh_1；人参皂苷 Rg_3；人参皂苷 Rh_2；HPLC

摘要：目的：采用高效液相色谱法同时测定西洋参总皂苷转化产物中人参皂苷 Rh_1、Rg_3、Rh_2 含量。方法：采用 Welchrom C_{18} 柱，（4.6 mm×250 mm，5 μm），乙腈-水梯度洗脱，流速 1.0 mL/min，检测波长：203 nm，柱温：30℃。结果：该方法测得人参皂苷 Rh_1、Rg_3、Rh_2 分别在 63.89～574.98 μg/mL，78.50～706.51 μg/mL，63.79～574.11 μg/mL 内，线性关系良好，r 分别为 0.999 4，0.999 9，0.999 9，且人参皂苷 Rh_1、Rg_3、Rh_2（$n=6$）平均回收率分别为 101.70%（RSD=2.0%），98.70%（RSD=1.20%），97.57%（RSD=1.61%）。结论：本法能将人参皂苷 Rh_1、Rg_3、Rh_2 很好的分离，检测快速，结果准确可靠，重现性好。

中图分类号：R284.1 文献标识码：B 文章编号：1001-1528（2010）06-1059-03

西洋参 *Panax quinquefolium* L. 又名西洋人参、洋参、花旗参，为五加科人参属植物，原产于加拿大、美国，近年我国亦有栽培。西洋参味苦，性凉，具有补肺阴、清火、养胃生津之功效，用于肺虚咳血、潮热及肺胃津亏、气虚等[1]。而人参皂苷是其主要活性成分，因此人参皂苷含量的多少是评价西洋参及其相关产品内在质量的重要指标。综合文献报告发现[2-4]，人参皂苷 Rg_1、Re、Rf_{11}、Rb_1、Rc、Rb_2、Rd 为西洋参中含量较高的 7 种皂苷，其质量分数占总皂苷的 90% 以上，所以对于上述 7 种人参皂苷含量测定的相关文献较多，人参皂苷 Rh_1、Rh_2 虽然在西洋参中含量不高，却同人参皂苷 Rg_3 一样对肿瘤的治疗具有不错的功效[5-7]，但关于人参皂苷 Rh_1、Rh_2 含量测定的文章却鲜出现，而且至今没有关于同时测定以上 3 种人参皂苷在西洋参总皂苷转化产物中含量的文章本文采用高效液相色谱法在同一色谱条件下同时测定了西洋参总皂苷转化产物中人参皂苷 Rh_1、人参皂苷 Rg_3、人参皂苷 Rh_2 的含量。结果表明，该方法简便、快速、灵敏度高，为

收稿日期：2009-09-17
作者简介：张 泰（1981－），男，硕士研究生，从事微生物制药方面的研究。Tel：13918319281 E-mail：706869678@qq.com
* 通讯作者：袁 萍（1964－），女，硕士生导师，高级工程师。Tel：13311680157 E-mail：yuanping@shnu.edu.com

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

西洋参次生皂苷类产品的质量监控提供了依据。

1　仪器与试药

Agilent 1100 Serial 高效液相色谱仪，G1314A 型紫外检测器，G1311A 型高效液相色谱四元泵，G1313A 型自动进样器，Agilent ChemStation 色谱工作站；TG332A 型微量分析天平；乙腈、甲醇均为色谱纯，水为蒸馏水；西洋参总皂苷转化产物（由国内栽培洋参提取），人参皂苷对照品 Rh_1（批号：09060923）、人参皂苷 Rg_3 对照品（批号：09020232）、人参皂苷对照品 Rh_2（批号：08081632）均由上海同田生物科技有限公司提供，纯度≥98%。

2　方法与结果

2.1　色谱条件　色谱柱：Welchrom C_{18} 柱，（4.6 mm × 250 mm，5 μm）；流动相：乙腈-水梯度洗脱，0 ~ 15 min：乙腈-水（35∶65）；15 ~ 55 min：乙腈-水（35→75∶75→35）；柱温：30 ℃；检测波长：203 nm；流速：1 mL/min；进样量：20 μL。

2.2　对照品溶液的制备　取人参皂苷 Rh_1 对照品、人参皂苷 Rg_3 对照品和人参皂苷 Rh_2 对照品各约 10 mg，精密称定，置 10 mL 量瓶中，用甲醇制成每 1 mL 含人参皂苷 Rh_1 1 mg、人参皂苷 Rg_3 1 mg 和人参皂苷 Rh_2 1 mg 的混合对照品溶液。

2.3　供试品溶液的制备　取西洋参总皂苷转化产物约 0.1 g，精密称定，置 10 mL 量瓶中，用甲醇制成每 1 mL 含西洋参总皂苷转化产物 10 mg 的供试品溶液。

2.4　线性关系考察　精密吸取上述混合对照品溶液 2.0、6.0、10.0、14.0、18.0 μL 分别注入液相色谱仪测定，按 2.1 项色谱条件分析，以人参皂苷 Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 浓度 X 为横坐标，以梯峰面积 Y 为纵坐标，绘制标准曲线，并进行线性回归，分别得人参皂苷 Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 回归方程：$Y = 0.880 \times 10^4 X + 87.73$，$r = 0.9994$；$Y = 0.796 \times 10^4 X + 16.433$，$r = 0.9999$；$Y = 0.984 \times 10^4 X + 29.603$，$r = 0.9999$，且三者分别在 63.89 ~ 574.98 μg/mL、78.50 ~ 706.51 μg/mL 和 63.79 ~ 574.11 μg/mL 范围内呈现良好的线性关系。

2.5　精密度试验　精密吸取混合对照品溶液 10 μL 重复进样 6 次，按 2.1 项色谱方法进行分析，重复进样 6 次，Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 峰面积的 RSD 分别为 0.11%、0.15% 和 0.10%。结果表明，本实验仪器的精密度良好。

2.6　稳定性试验　精密吸取同一供试品溶液 20 μL，按 2.1 项色谱条件，在 0 ~ 10 h 内每隔 2.5 h 进样一次，测得人参皂苷 Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 峰面积的 RSD 分别为 0.52%、0.53% 和 2.46%。结果表明，供试品在 10 h 内稳定性良好。

2.7　重复性试验　取西洋参总皂苷转化产物 6 份，按按 2.3 项供试品溶液的制备方法操作，制得 6 份供试品溶液，按色谱方法进行分析，测得人参皂苷 Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 峰面积的 RSD 分别为 1.00%、2.62% 和 2.80%。结果表明试验方法的重现性良好。

2.8　加样回收率试验　取已知含量的西洋参转化产物 6 份，每份约 0.10 g，精密称定，以甲醇定容至 10 mL 量瓶中，制成供试品溶液。取对照品溶液，用甲醇稀释至 0.6 mg/mL，将供试品溶液与稀释后的对照品溶液以 1∶1 的体积混合，按 2.1 项色谱条件分析，测得人参皂苷 Rh_1 的平均回收率为 101.7%，RSD = 2.00%；人参皂苷 Rg_3 的平均回收率为 98.7%，RSD = 1.20%；人参皂苷 Rh_2 的平均回收率为 97.57%，RSD = 1.61%，详见表 1。

表 1　人参皂苷 Rh_1 Rg_3 和 Rh_2 回收率试验结果

成分	称样量/mg	含量/mg	对照品加入量/mg	测定总量/mg	回收率/%	平均回收率%	RSD/%
人参皂苷 Rh_1	100.5	1.17	0.96	2.17	104.00	101.70	2.00
	102.5	1.26	0.96	2.21	100.30		
	98.6	1.16	0.96	2.11	100.10		
	99.7	1.16	0.96	2.14	103.30		
	100.7	1.18	0.96	2.18	100.30		
	101.7	1.23	0.96	2.18	99.30		
人参皂苷 Rg_3	100.5	1.50	1.18	2.67	99.00	98.70	1.20
	102.5	1.56	1.18	2.74	100.30		
	98.6	1.50	1.18	2.65	96.70		
	99.7	1.50	1.18	2.65	98.30		
	100.7	1.50	1.18	2.67	99.00		
	101.7	1.53	1.18	2.70	99.00		
人参皂苷 Rh_2	100.5	0.37	0.96	1.29	96.70	97.57	1.61
	102.5	0.42	0.96	1.37	99.80		
	98.6	0.34	0.96	1.27	96.30		
	99.7	0.35	0.96	1.28	96.30		
	100.7	0.37	0.96	1.30	97.00		
	101.7	0.41	0.96	1.36	99.30		

2.9　样品测定结果　取西洋参总皂苷转化产物 3 批，依法制得供试品溶液，按 2.1 项色谱条件分析，每个样品重复进样 2 次，根据标准曲线计算人参皂苷 Rh_1、人参皂苷 Rg_3 和人参皂苷 Rh_2 的含量，结果见表 2。混合对照品溶液和供试

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

品溶液的色谱图见图 1。

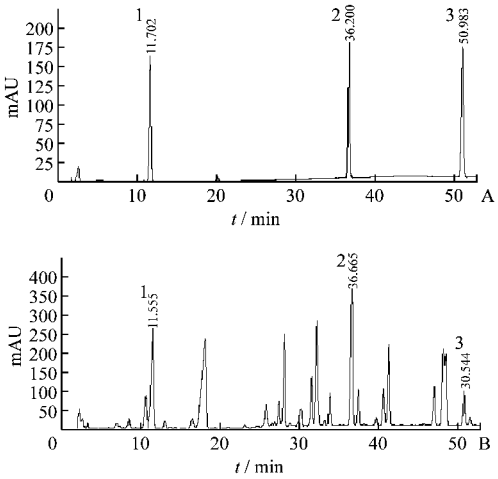

图 1　混合对照品(A)和供试品(B)HPLC 色谱图

1. 人参皂苷 Rh_1　2. 人参皂苷 Rg_3　3. 人参皂苷 Rh_2

表 2　　样品含量测定结果

批号	人参皂苷 Rh_1 含量/%	人参皂苷 Rg_3 含量/%	人参皂苷 Rh_2 含量/%
090906	12.18	15.54	4.20
090907	11.58	14.85	3.96
090908	11.78	15.25	4.06
$\bar{x} \pm s$	11.85 ± 2.58	15.21 ± 2.28	4.07 ± 2.96

3　讨论

3.1　测定波长的选择　通过对照品和供试品溶液在190 ~ 400 nm 扫描可以发现，对照品和供试品溶液的吸收值均在 203 nm 处达到最大，故选择 203 nm 为检测波长。

3.2　流动相的优选　西洋参总皂苷转化产物的成分复杂，由众多的达玛烷型四环三萜皂苷组成，包括 Re、Rh_1、Rg_1、Rg_2 等原人参三醇组皂苷和 Rg_3、Rh_2 等原人参二醇组皂苷，且许多皂苷还具有 S 和 R 构型，分离难度较大。

本文通过多种梯度洗脱方法的试验，优选出乙腈-水流动相梯度洗脱条件，在上述色谱条件下 3 种人参皂苷分离的效果好，人参皂苷 Rh_1、Rg_3 和 Rh_2 的分离度和理论塔板数分别达到 1.60、7.01、5.16 和 5470、134209、177536，适用于西洋参总皂苷转化产物的质量控制。

参考文献：

[1] 蔡　燕，郭文胜. HPLC-ELSD 测定西洋参中人参皂苷含量[J]. 陕西中医学院学报，2009，32(1)：64-65.
[2] 孟祥引，魏春燕. 西洋参茎叶皂苷提取方法的优化[J]. 人参研究，1996，6(1)：31-33.
[3] 丁之恩，严　平. 西洋参茎叶总皂苷的提取分离研究[J]. 经济林研究，2000，18(1)：58-59.
[4] 邹建伟，杜东娜，李树殿. 引种西洋参会不会变异[J]. 人参研究，2001，13(1)：8-10.
[5] 陈声斌，王　岩. 人参皂苷 Rg_1 和 Rh_1 抗肿瘤作用的研究[J]. 吉林大学学报，2003，29(1)：25-26.
[6] 张丽媛，吴　铁. 人参皂苷 Rh_2 抗肿瘤机制的研究[J]. 安徽农业科学，2008，36(4)：1467-1468.
[7] 安　宁，朱　文. 人参皂苷 Rg_3 抗肿瘤机制的研究[J]. 现代肿瘤医学，2008，16(4)：648-652.

多指标综合评分法优选紫金透骨喷雾剂渗漉提取工艺

何　迅，李勇军，王爱民，王永林*，兰燕宇
(贵阳医学院药学院，贵州 贵阳 550004)

关键词：紫金透骨喷雾剂；紫金莲；白及；提取

摘要：目的：建立一种能客观评价紫金透骨喷雾剂渗漉提取工艺的方法。方法：采用 $L_{16}(4^5)$ 正交设计试验，以白花丹醌、双[4-(β-D-吡喃葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯、水杨酸甲酯等指标成分的动态变化为评价指标，对各工艺参数进行优化，以筛选最佳提取工艺。结果：药材粉碎过 14 目筛，以 5 倍量 85% 乙醇，浸渍 48 h 后，以 75 mL/h·kg 的流速缓缓渗漉，收集渗漉液即为最佳提取工艺。结论：该法准确可靠，能客观评价紫金透骨喷雾剂渗漉提取工艺。

中图分类号：R284.6　　文献标识码：B　　文章编号：1001-1528(2010)06-1061-05

收稿日期：2009-08-12
基金项目：国家"十一五"科技支撑计划子课题(2006BAI06A01-3)；贵州省中药现代化科技产业研究开发专项基金项目(黔科合中药专字[2006]5042 号)；贵阳市科学技术计划项目(2008 筑科农合字 16 号)
作者简介：何　迅(1969 -)，男，副教授，研究方向：中药新药工艺制剂及质量。Tel.：018985123337 E-mail：hexun224@gmc.edu.cn
* 通讯作者：王永林，Tel：(0851)6908899

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net