

# HPLC 同时测定蜘蛛香中 9 种指标成分的含量<sup>\*</sup>

程盛勇<sup>1\*\*</sup>, 付洋<sup>1</sup>, 郁林娜<sup>1</sup>, 鲁文琴<sup>2</sup>, 黄静<sup>1</sup>, 罗喜荣<sup>1\*\*\*</sup>, 杨军<sup>3\*\*\*</sup>

(1. 贵州医科大学 药学院, 贵州 贵阳 550025; 2. 贵州医科大学附院, 贵州 贵阳 550004; 3. 中国科学院 地球化学研究所, 贵州 贵阳 550081)

**[摘要]** 目的: 建立高效液相色谱法(HPLC)同时测定蜘蛛香中新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯及缬草三酯含量的方法。方法: 采用 DiamonSil<sup>®</sup> C<sub>18</sub> 色谱柱, 乙腈(A) - 0.1% 甲酸水溶液(B) 为流动相梯度洗脱, 检测波长为 327 nm(0 ~ 33 min)、256 nm(33 ~ 90 min), 流速为 1.0 mL/min, 柱温为 30 ℃。结果: 新绿原酸在 0.75 ~ 120.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、绿原酸在 5.23 ~ 418.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、咖啡酸在 0.44 ~ 44.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、异绿原酸 B 在 2.1 ~ 210.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、橙皮苷在 2.20 ~ 220.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、异绿原酸 A 在 2.065 ~ 330.000 mg/L( $r = 0.999\ 9$ )、异绿原酸 C 在 1.88 ~ 150.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、乙酰缬草三酯在 2.50 ~ 200.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )、缬草三酯在 10.00 ~ 800.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ )的进样浓度范围内线性关系良好, 加样回收率( $n = 6$ ) 为 101.92% ~ 107.51%,  $RSD < 3\%$ ; 25 批蜘蛛香样品中 9 种成分含量差异较大, 其中缬草三酯、橙皮苷、异绿原酸 A 及绿原酸等 4 个成分的含量较高。结论: HPLC 可同时测定蜘蛛香中 9 种成分含量。

**[关键词]** 蜘蛛香; 高效液相色谱法; 波长切换; 含量测定; 药材鉴定; 质量控制

**[中图分类号]** R284.1    **[文献标识码]** A    **[文章编号]** 1000-2707(2019)12-1413-06

**DOI:**10.19367/j.cnki.1000-2707.2019.12.009

## Simultaneous Determination of Nine Components in *Valeriana jatamansi* Jones by HPLC

CHENG Shengyong<sup>1</sup>, FU Yang<sup>1</sup>, YU Linna<sup>1</sup>, LU Wenqin<sup>2</sup>, HUANG Jing<sup>1</sup>, LUO Xirong<sup>1</sup>, YANG Jun<sup>3</sup>

(1. School of Pharmaceutical Sciences, Guizhou Medical University, Guiyang 550025, Guizhou, China;

2. the Affiliated Hospital of Guizhou Medical University, Guiyang 550004, Guizhou, China; 3. Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550081, Guizhou, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish an HPLC method for the simultaneous determination of nine constituents in *Valeriana jatamansi*, including neochlorogenic acid, chlorogenic acid, caffeic acid, hesperidin, isochlorogenic acid B, isochlorogenic acid A, isochlorogenic acid C, acevaltrate and valepotriate. **Methods:** The analysis of this drug was performed on a DiamonSil<sup>®</sup> C<sub>18</sub> column, with acetonitrile (A) - 0.1% formic acid (B) solution as the mobile phase for gradient elution, the detection wavelength at 327 nm (0 ~ 33 min) and 256 nm (33 ~ 90 min), the flow rate at 1.0 mL/min, and the column temperature at 30 ℃. **Results:** Good linear relationships of neochlorogenic acid, chlorogenic acid, caffeic acid, hesperidin, isochlorogenic acid B, isochlorogenic acid A, isochlorogenic acid C, acevaltrate and valepotriate was showed within the ranges of 0.75 ~ 120.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ ), 5.23 ~ 418.00 mg/L( $r = 1.000\ 0$ ), 0.44 ~ 44.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ ), 2.10 ~ 210.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ ), 2.20 ~ 220.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ ), 2.065 ~ 330.000 mg/L ( $r = 0.999\ 9$ ), 1.88 ~ 150.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ ), 2.50 ~ 200.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ ), 10.00 ~ 800.00 mg/L ( $r = 1.000\ 0$ )

<sup>\*</sup>[基金项目] 贵州省联合基金项目[黔科合 LH 字(2014)7091]; 贵州省社发攻关项目[黔科合 SY 字(2015)3032]; 贵州省中药现代化专项项目[黔科合 ZY 字(2012)3010]

<sup>\*\*</sup> 贵州医科大学 2017 级硕士研究生

<sup>\*\*\*</sup> 通信作者 E-mail:1341323603@qq.com; yjsfe@sohu.com

网络出版时间:2019-12-12 网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/52.1164.R.20191212.2002.009.html>

respectively; the average recoverie rates ( $n = 6$ ) were between 101.92% ~ 107.51% and each RSD was under 3%; the contents of nine components in 25 batches of *Valeriana Jatamansi* Jones were different, and the contents of valepotriate, hesperidin, isochlorogenic acid A and chlorogenic acid were the highest. **Conclusion:** HPLC can be used for simultaneous determination of 9 components in *Valeriana Jatamansi*.

[ **Key words** ] *Valeriana Jatamansi* Jones; high performance liquid chromatography; wavelength switching; content determination; medicinal identification; quality control

蜘蛛香又名马蹄香、老虎七、土细辛、心叶缬草等,系败酱科缬草属植物蜘蛛香(*Valeriana jatamansi* Jones)的干燥根茎和根,具有镇惊安神、理气止痛、消炎止泻、祛风除湿等功效,是唯一被《中国药典》2015 年版收载的缬草类生药<sup>[1-2]</sup>。现代药理研究表明,蜘蛛香具有抗肿瘤、抗焦虑、抗抑郁、神经保护、保肝、抗氧化、抗菌及抗病毒等作用,主要含有挥发油、缬草三酯类、黄酮类、酚酸类、生物碱、氨基酸、木脂素及多糖等化学成分,其质量控制主要是薄层色谱法鉴别缬草三酯和乙酰缬草三酯,无含量测定项<sup>[3-17]</sup>。根据中药整体成分发挥作用的特点,开展指纹图谱研究和多成分含量测定并建立质量标准,是保障中药质量和疗效一致性的有效方法<sup>[18-20]</sup>。本课题组前期对蜘蛛香指纹图谱研究发现新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯和缬草三酯可作为蜘蛛香的定性鉴别和质量差异标记物,本研究据此建立了高效液相色谱法(HPLC)同时测定蜘蛛香中 9 种成分含量的方法,旨在为其质量标准的提高和修订提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 实验仪器与试药

Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司),BSA224S 型电子天平(赛多利斯科学仪器有限公司),KQ3200E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),FW177 型中草药粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司);缬草三酯对照品(批号 wkq16011203,纯度 98.21%)及乙酰缬草三酯对照品(批号 wkq16072004,纯度 98.86%)均来源于四川维克奇生物科技有限公司,橙皮苷对照品(批号 602F022,纯度 98.00%)来源于北京索莱宝科技有限公司,新绿原酸对照品(批号 MUST-15011412,纯度 99.37%)、绿原酸对照品(批号 MUST-15041814,纯度 99.39%)、咖啡酸对照品(批号 MUST-15090803,纯度 99.99%)、异绿原酸 A 对

照品(批号 MUST-15042518,纯度 98.82%)、异绿原酸 B 对照品(批号 MUST-15081411,纯度 99.05%)及异绿原酸 C 对照品(批号 MUST-15081414,纯度 99.84%)均来源于成都曼思特生物科技有限公司,乙腈、甲醇为色谱纯,水为娃哈哈纯净水,其余试剂均为分析纯。蜘蛛香药材为产地采集或药材市场购买,经贵州医科大学生药学教研室覃容贵教授鉴定为败酱科植物蜘蛛香(*Valeriana jatamansi* Jones)的干燥根茎及根,25 批蜘蛛香样品产地及采集时间见表 1。

表 1 25 批蜘蛛香样品产地及采集时间  
Tab.1 Sample information and collection time of 25 batches in *Valeriana jatamansi*

批次	产地	采集时间	批次	产地	采集时间
S1	贵州大方	20121123	S14	贵州惠水	20170808
S2	贵州关岭	20171008	S15	贵州惠水	20160507
S3	广西桂林	20160609	S16	贵州惠水	20160610
S4	贵州贵阳	20130415	S17	吉林白山	20161127
S5	湖南凤凰	20120309	S18	贵州凯里	20170826
S6	贵州贵阳	20170917	S19	四川青川	20170616
S7	贵州贵阳	20170609	S20	贵州铜仁	20120411
S8	贵州惠水	20170607	S21	云南保山	20170819
S9	贵州惠水	20160903	S22	云南保山	20170819
S10	贵州惠水	20170609	S23	贵州长顺	20170607
S11	贵州惠水	20170807	S24	贵州长顺	20170609
S12	贵州惠水	20170603	S25	贵州贞丰	20170818
S13	贵州惠水	20170808			

1.2 方法

1.2.1 色谱条件 色谱柱为 Diamonsil® C<sub>18</sub>(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相为乙腈(A)-0.1% 甲酸水溶液(B),梯度洗脱(12% ~ 30% 乙腈、0 ~ 18 min, 30% ~ 32% 乙腈、18 ~ 20 min, 32% ~ 40% 乙腈、20 ~ 23 min, 40% 乙腈、23 ~ 25 min, 40% ~ 53% 乙腈、25 ~ 33 min, 53% ~ 85% 乙腈、33 ~ 90 min, 流速 1.0 mL/min);0 ~ 33 min 检测波长为 327 nm, 33 ~ 90 min 为 256 nm;柱温 30 ℃,进样量 20 μL。

1.2.2 对照品溶液的制备 称取新绿原酸、绿原

酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯、缬草三酯对照品适量,加 70% 甲醇溶解制成混合对照品溶液,浓度分别为 120.00、418.00、44.00、210.00、220.00、330.00、150.00、200.00 及 800.00 mg/L。

**1.2.3 供试品溶液的制备** 取本品粉末(60 目筛)0.2 g 置棕色 EP 管中,加入 70% 甲醇 10 mL 称定质量,于 37 ℃ 超声(功率 150 W,频率 40 kHz)处理 40 min,放置至室温,称定质量,用 70% 甲醇补足减失的质量,经 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得。

**1.2.4 系统适应性实验** 分别量取混合对照品溶液和供试品溶液各 20 μL,参照 1.2.1 项下的色谱条件测定,得色谱结果。

### 1.3 方法学考察

**1.3.1 线性关系考察** 取 1.2.2 项下混合对照品溶液逐级稀释得到不同质量浓度,按 1.2.1 项下色谱条件分别进样检测。以峰面积为纵坐标,以混合对照品溶液中各指标成分的质量浓度为横坐标,作线性回归曲线,获得 9 种成分的线性浓度范围及相关系数(*r*)。

**1.3.2 精密度试验** 取 S7 样品按 1.2.3 项下方法制备供试品溶液,按 1.2.1 项下色谱条件连续进样 6 次,测定峰面积,计算 9 种成分 RSD,评估仪器精密度。

**1.3.3 重复性试验** 取 S7 样品按 1.2.3 项下方法平行制备 6 份供试品溶液,按 1.2.1 项下色谱条件测定,测定峰面积,计算 9 种成分平均含量及 RSD,评估方法重复性。

**1.3.4 稳定性试验** 取 S7 样品按 1.2.3 项下方法制备供试品溶液,分别于 0、3、6、9、12、24 h 按 1.2.1 项下色谱条件测定峰面积,计算 9 种成分 RSD,评估供试品溶液在 24 h 内的稳定性。

**1.3.5 加样回收率试验** 取 S7 样品 6 份,每份 0.02 g,精密称定,分别加入混合对照品溶液适量,按 1.2.3 项下方法制备供试品溶液,按 1.2.1 项下色谱条件测定,计算回收率。

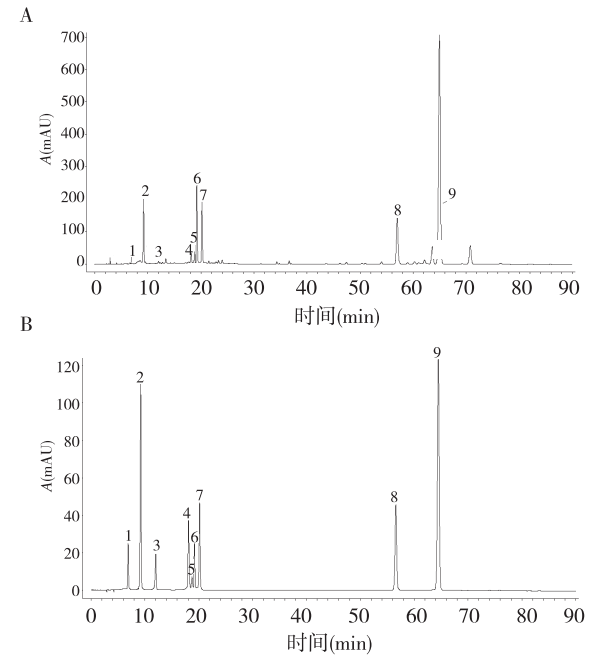
**1.3.6 样品测定** 取表 1 样品按 1.2.3 项下方法制备供试品溶液,按 1.2.1 项下色谱条件测定,记录峰面积,计算蜘蛛香中 9 种成分含量。

## 2 结果

### 2.1 建立的 HPLC 方法考察

本研究设定的色谱条件可测得蜘蛛香中 9 种

成分的色谱峰(图 1),蜘蛛香中新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯、缬草三酯在一定范围内呈良好线性关系(表 2),9 种成分回收率为 101.92% ~ 107.51%,*RSD* 为 0.57% ~ 2.39%(表 3),提示本研究建立的方法可用于蜘蛛香中 9 种成分含量的测定。



注:A 为样品,B 为混合对照品;1 为新绿原酸,2 为绿原酸,3 为咖啡酸,4 为异绿原酸 B,5 为橙皮苷,6 为异绿原酸 A,7 为异绿原酸 C,8 为乙酰缬草三酯,9 为缬草三酯。

图 1 蜘蛛香样品和混合对照品 HPLC 色谱结果  
Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances and *Valeriana jatamansi* sample

表 2 蜘蛛香 9 种成分的回归方程及线性关系  
Tab. 2 Regression equation and linear relation of 9 components in HPLC

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围(mg/L)
新绿原酸	$\hat{Y}=44.797X-6.458$	1.000 0	0.75 ~ 120.00
绿原酸	$\hat{Y}=29.427X-2.721$	1.000 0	5.23 ~ 418.00
咖啡酸	$\hat{Y}=93.61X-24.815$	1.000 0	0.44 ~ 44.00
异绿原酸 B	$\hat{Y}=42.572X-72.043$	1.000 0	2.10 ~ 210.00
橙皮苷	$\hat{Y}=2.247X+0.549$	1.000 0	2.20 ~ 220.00
异绿原酸 A	$\hat{Y}=22.485X-29.759$	0.999 9	2.07 ~ 330.00
异绿原酸 C	$\hat{Y}=44.914X-74.656$	1.000 0	1.88 ~ 150.00
乙酰缬草三酯	$\hat{Y}=51.705X-24.518$	1.000 0	2.50 ~ 200.00
缬草三酯	$\hat{Y}=40.58X-76.255$	1.000 0	10.00 ~ 800.00

表 3 蜘蛛香 9 种成分加样回收率试验结果( $n=6$ )

Tab. 3 Results of recovery rate tests of 9 components in *Valeriana jatamansi*

成分	样品含量 ( $\mu\text{g}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}$ )	测得量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)	成分	样品含量 ( $\mu\text{g}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}$ )	测得量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)	平均回 收率(%)	RSD (%)
新绿原酸	1.168	1.200	2.465	108.08	105.26	2.28	异绿原酸 A	98.243	98.340	205.290	108.85	106.62	1.76
	1.168	1.200	2.431	105.25				98.243	98.340	199.845	103.32		
	1.168	1.200	2.446	106.50				98.243	98.340	203.361	106.89		
	1.168	1.200	2.416	104.00				98.243	98.340	202.910	106.43		
	1.168	1.200	2.446	106.50				98.243	98.340	202.824	106.35		
	1.168	1.200	2.383	101.25				98.243	98.340	204.318	107.87		
绿原酸	56.345	56.320	116.522	106.85	106.64	0.90	异绿原酸 C	44.134	44.200	90.566	105.05	105.18	0.78
	56.345	56.320	116.649	107.07				44.134	44.200	90.308	104.47		
	56.345	56.320	116.797	107.34				44.134	44.200	90.782	105.54		
	56.345	56.320	116.502	106.81				44.134	44.200	91.164	106.40		
	56.345	56.320	115.318	104.71				44.134	44.200	90.157	104.12		
	56.345	56.320	116.641	107.06				44.134	44.200	90.760	105.49		
咖啡酸	1.163	1.100	2.296	103.00	104.45	2.39	乙酰缬草三酯	34.906	35.000	70.373	101.33	101.92	0.57
	1.163	1.100	2.310	104.27				34.906	35.000	70.668	102.18		
	1.163	1.100	2.338	106.82				34.906	35.000	70.878	102.78		
	1.163	1.100	2.348	107.73				34.906	35.000	70.687	102.23		
	1.163	1.100	2.307	104.00				34.906	35.000	70.504	101.71		
	1.163	1.100	2.273	100.91				34.906	35.000	70.364	101.31		
异绿原酸 B	9.497	9.450	19.557	106.46	106.33	0.99	缬草三酯	204.518	204.400	423.021	106.90	107.51	0.62
	9.497	9.450	19.427	105.08				204.518	204.400	425.185	107.96		
	9.497	9.450	19.615	107.07				204.518	204.400	423.898	107.33		
	9.497	9.450	19.433	105.14				204.518	204.400	425.149	107.94		
	9.497	9.450	19.564	106.53				204.518	204.400	425.930	108.32		
	9.497	9.450	19.677	107.72				204.518	204.400	422.486	106.64		
橙皮苷	164.527	164.560	333.266	102.54	104.17	2.36							
	164.527	164.560	332.326	101.97									
	164.527	164.560	337.168	104.91									
	164.527	164.560	332.864	102.30									
	164.527	164.560	337.060	104.85									
	164.527	164.560	342.978	108.44									

2.2 精密度试验、重复性试验及稳定性试验

精密度试验中,新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯、缬草三酯的峰面积 *RSD* 分别为 1.00%、1.45%、0.76%、0.32%、0.56%、0.99%、0.61%、2.02% 及 0.52%,表明仪器精密度良好。重复性试验中,新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯、缬草三酯的平均含量分别为 0.006%、0.295%、0.006%、0.047%、0.820%、0.488%、0.217%、0.172% 及 1.018%,*RSD* 分别为 0.00%、2.31%、0.00%、2.18%、0.82%、1.45%、1.81%、1.64% 及 0.87%,表明方法重复性良好。稳定性试验中,新

绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯、缬草三酯的峰面积 *RSD* 分别为 0.34%、1.34%、0.29%、1.47%、0.80%、1.32%、1.15%、2.35% 及 2.18%,表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.3 蜘蛛香中 9 种成分含量测定结果

含量测定结果表明蜘蛛香中 9 种成分含量差异较大,缬草三酯、橙皮苷、异绿原酸 A 和绿原酸的含量较高,其余成分含量较低。见表 4。

3 讨论

本实验前期比较了水和 20%、40%、50%、60%、

表 4 蜘蛛香 9 种成分测定结果(%, n=3)  
Tab.4 Determination of 9 components in *Valeriana jatamansi*

批次	新绿原酸	绿原酸	咖啡酸	异绿原酸 B	橙皮苷	异绿原酸 A	异绿原酸 C	乙酰缬草三酯	缬草三酯	总量
S1	0.008	0.524	0.004	0.032	0.235	0.326	0.189	0.014	0.087	1.419
S2	0.006	0.285	0.003	0.054	1.040	0.527	0.285	0.330	2.854	5.384
S3	0.008	0.892	0.006	0.050	0.283	0.473	0.218	0.030	0.565	2.525
S4	0.009	0.704	0.005	0.053	0.330	0.559	0.231	0.039	2.361	4.291
S5	0.008	0.476	0.007	0.056	0.993	0.507	0.418	0.014	0.056	2.535
S6	0.009	1.113	0.003	0.063	0.506	0.532	0.261	0.072	1.164	3.723
S7	0.006	0.292	0.006	0.048	0.822	0.487	0.218	0.173	1.027	3.079
S8	0.006	0.292	0.011	0.021	1.127	0.473	0.208	0.206	1.482	3.826
S9	0.005	0.320	0.004	0.039	1.190	0.569	0.236	0.231	1.804	4.398
S10	0.006	0.547	0.002	0.043	1.337	0.850	0.368	0.342	1.907	5.402
S11	0.009	0.994	0.005	0.076	1.324	1.364	0.717	0.403	2.615	7.507
S12	0.006	0.396	0.007	0.052	1.100	0.470	0.259	0.275	1.637	4.202
S13	0.007	1.042	0.002	0.060	1.002	0.613	0.356	0.238	2.611	5.931
S14	0.009	0.749	0.003	0.069	1.243	0.836	0.465	0.242	1.932	5.548
S15	0.005	0.882	0.006	0.084	1.187	1.231	0.688	0.188	1.156	5.427
S16	0.005	0.264	0.004	0.036	1.249	0.479	0.243	0.248	2.002	4.530
S17	0.008	0.534	0.005	0.040	0.413	0.386	0.214	0.034	0.315	1.949
S18	0.007	0.859	0.003	0.074	0.286	0.441	0.240	0.032	2.180	4.122
S19	0.009	0.559	0.007	0.061	1.000	0.529	0.343	0.088	0.968	3.564
S20	0.006	0.256	0.005	0.043	1.187	0.402	0.345	0.014	0.053	2.311
S21	0.005	0.558	0.003	0.079	0.884	0.746	0.347	0.181	1.806	4.609
S22	0.005	0.655	0.003	0.092	0.466	1.386	0.393	0.649	1.795	5.444
S23	0.006	0.545	0.006	0.056	0.548	0.785	0.292	0.652	1.378	4.268
S24	0.004	0.209	0.004	0.041	1.757	0.488	0.282	0.527	1.517	4.829
S25	0.008	0.598	0.005	0.044	0.722	0.502	0.276	0.248	2.043	4.446
平均值	0.007 ±	0.582 ±	0.005 ±	0.055 ±	0.889 ±	0.638 ±	0.324 ±	0.219 ±	1.493 ±	4.211 ±
	0.002	0.266	0.002	0.017	0.408	0.292	0.135	0.187	0.814	1.391
RSD	23.25	45.76	42.14	31.54	45.90	45.74	41.63	85.57	54.55	33.03

70%、80%、90% 及 100% 甲醇 9 种提取溶剂对蜘蛛香中 9 种成分提取的影响,结果表明 70% 甲醇提取效果最好<sup>[21]</sup>;应用 DAD 检测器对混合对照品溶液和供试品溶液进行紫外全波长扫描,结果发现酚酸类成分的最大吸收波长为 327 nm,缬草三酯类成分最大吸收波长为 256 nm,故采用波长切换法对蜘蛛香样品进行检测;考察了乙腈-水和甲醇-乙腈-水流动相体系,在水中添加酸试剂得到 0.1% 甲酸、0.1% 磷酸、0.4% 磷酸水溶液进行流动相筛选,结果表明以乙腈-0.1% 甲酸水溶液梯度洗脱系统基线平稳、出峰稳定、峰形尖锐、分离效果最好。

2015 年版《中国药典》虽对蜘蛛香药材的测定有提及,但对蜘蛛香药材无含量测定方法及限度要求,已不适应蜘蛛香中药现代化发展要求。本实验应用波长切换法建立了 HPLC 同时测定蜘蛛香中

新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、异绿原酸 B、橙皮苷、异绿原酸 A、异绿原酸 C、乙酰缬草三酯、缬草三酯含量的方法,相较于现有蜘蛛香成分含量测定<sup>[21-25]</sup>,该方法简便、准确、专属性强,克服了单一成分及少数几个成分信息量不全的缺点,可用于蜘蛛香优良品种选育和蜘蛛香药材的鉴定、质量控制及评价。样品测定结果表明 25 批不同产地蜘蛛香药材中 9 种成分含量差异较大,缬草三酯、橙皮苷、异绿原酸 A 和绿原酸的含量较高,可能与药材的生长环境、采收时间、储藏条件等因素有关,为保证蜘蛛香的临床用药质量和疗效,应规范其适宜采收期、保存时间和指标成分含量限度。

4 参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 中国医药出版社, 2015: 1417

- 京:中国医药科技出版社,2015.
- [2] 宋歌,王宝华,闫兴丽,等. 蜘蛛香中环烯醚萜类成分大孔树脂纯化工艺的研究[J]. 北京中医药大学学报, 2012, 35(3):200-204.
- [3] BOUNTHANH C, BERGMANN C, BECK J P, et al. Valepotriates, a new class of cytotoxic and antitumoragents [J]. *Planta Medica*, 1981, 41(1):21-28.
- [4] 翟欣,孔周扬,王素娟,等. 蜘蛛香提取物及总缬草素的抗焦虑活性研究[J]. 中草药, 2016, 47(8):1361-1365.
- [5] MUELLER L G, SALLES L A, STEIN A C, et al. Anti-depressant-like effect of valeriana glechomifolia meyer (Valerianaceae) in mice[J]. *Progress in Neuro Psychopharmacology & Biological Psychiatry*, 2012, 36(1):101-109.
- [6] XU J, GUO Y, XIE C, et al. Isolation and neuroprotective activities of acylated iridoids from *Valeriana jatamansi* [J]. *Chem Biodivers*, 2012, 9:1382-1388.
- [7] XU J, LI Y, GUO Y, et al. Isolation, structural elucidation, and neuroprotective effects of iridoids from *Valeriana jatamansi* [J]. *Biosci Biotech Bioch*, 2012, 76:1401-1403.
- [8] 郜红利. 蜘蛛香化学成分影响因素的研究进展[J]. 山东医药, 2013, 53(19):82-83.
- [9] 杨军,龙庆德,罗喜荣,等. 超临界二氧化碳萃取蜘蛛香油工艺的研究[J]. 时珍国医国药, 2012, 23(1):157-158.
- [10] 田弋夫,龙庆德,罗喜荣,等. 蜘蛛香油化学成分的气相色谱-飞行时间质谱分析[J]. 时珍国医国药, 2012, 23(4):924-926.
- [11] 罗喜荣,罗俊,杨军,等. 蜘蛛香不同部位中总缬草三酯含量测定[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(16):8884; 9106.
- [12] 黄仁泉,张立,杨建丽. 不同种缬草中缬草三酯和缬草烯酸类成分的 HPLC 分析和比较[J]. 中草药, 2002, 33(11):1000-1001.
- [13] 李勇军,刘佳,陈青凤,等. 蜘蛛香化学成分的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2013, (12):8-10; 60.
- [14] 罗喜荣,苑天红,杨军,等. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取蜘蛛香中总缬草三酯的工艺研究[J]. 广东农业科学, 2012, 39(16):119-121.
- [15] 罗喜荣,苑天红,杨军,等. 超临界 CO<sub>2</sub> 萃取蜘蛛香中缬草素工艺优化[J]. 湖北农业科学, 2013, 52(8):1901-1902; 1912.
- [16] 李蓉,李小平,吴莹. 紫外分光光度法测定蜘蛛香中总黄酮的含量[J]. 辽宁中医药大学学报, 2008, 10(12):149-150.
- [17] 刘开萍,杨军,罗喜荣,等. 蜘蛛香中绿原酸及总酚酸的含量测定[J]. 湖北农业科学, 2017, 56(2):288-290.
- [18] 徐亚静. 做中药产业发展的“导航仪”[N]. 中国医药报, 2015, (6):7-15.
- [19] 石晋丽. 国产缬草属药用植物资源的研究[D]. 北京:北京中医药大学, 2004.
- [20] 程盛勇,付洋,郁林娜,等. 蜘蛛香 HPLC 指纹图谱及化学模式识别研究[J]. 中国药理学杂志, 2019, 54(6):489-493.
- [21] 石晋丽,刘勇,肖培根. HPLC 法测定不同产地蜘蛛香中橙皮苷的含量[J]. 中草药, 2005, 36(3):449-450.
- [22] 王素娟,郑承剑,岳伟,等. 用 HPLC 法同时测定蜘蛛香中 4 种缬草素类成分的含量[J]. 药学服务与研究, 2014, 14(5):376-378.
- [23] 李靖,刘佳,乔里,等. 高效液相色谱法同时测定蜘蛛香中 3 种活性成分的含量[J]. 中国药理学杂志, 2014, 49(20):1840-1844.
- [24] 侯文慧,刘勇,王春国,等. HPLC 法同时测定蜘蛛香药材中缬草三酯类化合物及其降解产物的含量[J]. 世界科学技术-中医药现代化, 2014, 16(12):2658-2663.
- [25] 刘开萍,杨军,程盛勇,等. HPLC 法同时测定蜘蛛香中 7 种成分含量[J]. 中药材, 2018, 41(4):922-924.

(2019-09-28 收稿,2019-11-30 修回)

中文编辑:周 凌;英文编辑:赵 毅