

MEKC和MEEKC两种模式测定龙胆中龙胆苦苷和马钱子苷的含量

李文龙¹, 陈军辉^{1,2}, 殷月芬^{1,2}, 吴凤琪¹, 杨佰娟¹, 杨黄浩¹, 王小如^{1,3*} (1. 国家海洋局第一海洋研究所现代分析技术及中药标准化重点实验室, 山东 青岛 266006; 2. 中国海洋大学化学化工学院, 山东 青岛 266003; 3. 厦门大学化学化工学院化学系, 现代分析科学教育部重点实验室, 福建 厦门 361005)

摘要: 目的 建立胶束电动毛细管色谱 (MEKC) 和微乳液毛细管电动色谱 (MEEKC) 分析龙胆药材中龙胆苦苷和马钱子苷含量的方法。方法 采用加速溶剂萃取法 (ASE) 对龙胆药材进行提取, 萃取温度: 100 °C, 压力: 9.65 MPa 萃取时间: 10 min, 采用未涂层熔融石英毛细管 (内径 75 μm, 有效长度 50 cm)。分别考察了两种分离模式下电泳介质的构成和电泳过程中的各操作参数对样品分离过程的影响, 优化了 MEKC 和 MEEKC 的分析条件, 在各自对应的缓冲液体系下, MEKC 和 MEEKC 分离电压分别为 30 和 22 kV, 柱温均为 25 °C, 检测波长均为 238 nm。结果 在选定的工作条件下, 龙胆苦苷和马钱子苷与其他组分达到了基线分离, 两种成分的浓度与其响应信号值之间具有较好的线性相关性, 加标回收率在 96.3% ~ 105.1% 之间, 检测限均低于 10 mg·L⁻¹, 对 6 处不同产地的龙胆药材进行了分析, 并对测定结果进行了 *t* 检验, 结果表明, 两种模式下, 测定结果之间不存在显著性差异, 而不同产地的龙胆药材的龙胆苦苷和马钱子苷含量之间存在较大差异。结论 本方法简便, 准确, 快速, 重现性较好, 可用于龙胆药材有效成分的含量测定和质量控制。

关键词: 加速溶剂萃取; 胶束电动毛细管色谱; 微乳液毛细管电动色谱; 龙胆; 龙胆苦苷; 马钱子苷

中图分类号: R284.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-2494(2007)22-1736-05

Determination of Gentiopicroside and Loganic Acid in Radix Gentianae by MEKC and MEEKC Mode

LI Wen-long¹, CHEN Jun-hui^{1,2}, YIN Yue-fen^{1,2}, WU Feng-qi¹, YANG Bai-juan¹, YANG Huang-hao¹, WANG Xiao-ru^{1,3*} (1. Qingdao Key Lab of Analytical Technology Development and Standardization of Chinese Medicines, First Institute Oceanography of SOA, Qingdao 266006; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Ocean University of China, Qingdao 266006 China; 3. Department of Chemistry and Key Laboratory of Analytical Science of the MOE, College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop MEKC and MEEKC modes for the determination of gentiopicroside and loganic acid in extracts of Radix Gentianae. **METHODS** The analyte was extracted from Radix Gentianae samples by accelerated solvent extraction, and the extraction conditions were optimized. Separation and determination were carried out on a bare fused silica capillary (50 cm × 75 μm) with corresponding buffer. The run voltage of MEKC and MEEKC were 30 kV and 22 kV respectively. Detection wavelength of DAD was at 238 nm and column temperature was 25 °C. **RESULTS** The developed ASE-HPLC method was simple and reliable for the determination of gentiopicroside and loganic acid in Radix Gentianae samples with a broad linear dynamic range, a recovery range of 96.3% ~ 105.16%, and the detection limit was below 10 mg·L⁻¹. The contents of gentiopicroside and loganic acid in six samples from different regions were determined by the developed method in two modes. *T*-test value indicated that the determined contents of gentiopicroside and loganic acid by MEKC and MEEKC were consistent. **CONCLUSION** The method is simple, accurate, rapid and with good reproducibility. It can be used to determine active components in Radix Gentianae.

KEY WORDS accelerated solvent extraction; MEKC; MEEKC; Radix Gentianae; gentiopicroside; loganic acid

龙胆 (Radix Gentianae) 又名胆草、水龙胆、四叶草, 为龙胆科植物龙胆 (*Gentiana scabra* Bge.) 的根及根茎, 性寒, 味苦, 可用于清热燥湿, 泻肝胆火。其主要化学成分为裂环烯醚萜苷类化合物, 三萜类化

合物, 多糖类化合物以及生物碱等^[1-2]。龙胆苦苷 (C₁₆H₂₀O₉) 和马钱子苷酸 (C₁₆H₂₄O₁₀) 是龙胆药材中含量较高的两种活性成分, 属于裂环烯醚萜苷类化合物, 2005年版《中国药典》采用龙胆苦苷作为指

基金项目: 国家自然科学基金重点项目 (20235020); 青岛“2004将才计划” (04-3-JJ-11); 崂山区校区共建生物医药研发测试中心资助 (LS-05-KJZX-76)

作者简介: 李文龙, 男, 硕士研究生 * 通讯作者: 王小如, 博士, 教授 Tel: (0532) 88963253 E-mail: m2elp@fio.org.cn

标性成分对龙胆药材进行鉴别和质量控制。目前对该药材质控研究主要为龙胆苦苷含量的 HPLC 定量分析^[3-4], 仅有一篇文献报道了采用毛细管区带电泳 (CZE) 模式测定龙胆苦苷的含量^[5], 龙胆药材中裂环烯醚萜苷类化合物种类较多, 在 CZE 模式下龙胆苦苷和马钱子苷酸与其他组分难以实现基线分离, 从而对其准确定量分析造成一定的干扰, 本实验探索采用胶束电子毛细管电泳 (MEKC) 和微乳液毛细管电动色谱 (MEEKC) 两种模式对中药材龙胆中龙胆苦苷和马钱子苷酸的含量进行定量分析, 以拓宽高效毛细管电泳 (HPCE) 技术在中药材分析中的应用范围, 笔者尚未见国内外有类似文献报道。

加速溶剂萃取方法 (accelerated solvent extraction ASE) 是一种在较高温度和压力的条件下, 用有机溶剂进行萃取的自动化方法。与其他提取方法相比, 该法具有溶剂用量少、快速、提取效率高等优点。该方法已被美国环境保护署 (EPA) 推荐为标准方法 (标准方法编号 3545), 目前主要应用于环境样品分析中的样品预处理过程^[6-7], 本实验探索将该方法用于中药材活性成分提取的研究。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

G1062A 型 HPCE 仪 (美国 Agilent 公司), 配有二极管阵列检测器 (DAD), 未涂层熔融石英毛细管, 内径 75 μm , 有效长度 50 m; ASE-100 型加速溶剂萃取系统 (美国 Dionex 公司); 828 型 pH 测试仪 (美国 Orion 公司)。

甲醇, 乙酸乙酯, 乙醇, 十二烷基硫酸钠 (SDS), 正庚烷, 正丁醇, 硼砂均为分析纯试剂, $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液, 实验用水为 Milli-Q 超纯水。

龙胆苦苷对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号: 0770-200106), 马钱子苷酸对照品由本实验室纯化制得 (HPLC 归一化法进行分析, 纯度大于 95%)。龙胆样品 (青岛康泰中药材贸易商社, 产地分别为内蒙古, 河南, 吉林, 四川, 甘肃, 湖北)。以上药材均经国家海洋局第一海洋研究所黎先春教授鉴定为正品。

1.2 对照品及供试品溶液制备

分别准确称取 10.0 mg 龙胆苦苷和马钱子苷酸对照品, 放入 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解定容, 制成 $1\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品储备液。

供试样品 (粉碎, 过 60 目筛) 在 50 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 10 h 准确称取 1.0 g 以甲醇为溶剂, 进行加速溶剂萃取, 萃取温度为 100 $^{\circ}\text{C}$, 压力为 9.65 MPa 萃取

时间为 10 min, 萃取 1 次 (实验证实, 一次萃取即可提取 95% 以上的目标化合物, 故无需多次提取), 洗脱体积为萃取体积的 60%。提取液经旋转蒸发浓缩后, 用甲醇定容到 10 mL, 过 0.20 μm 滤膜后作为供试品溶液。

1.3 HPCE 工作条件

两种模式下, 每次进样分析开始前, 均依次用 $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH, 超纯水和对应的缓冲液分别冲洗毛细管各 5 min, 分析过程中, 要及时更换缓冲液瓶中的缓冲溶液, 以保证两缓冲液瓶中缓冲液组分一致, 以保证分析的精度。研究过程均采用压力进样方式, 压力为 5 kPa, 进样时间 5 s, 柱温均为 25 $^{\circ}\text{C}$, DAD 检测波长为 238 nm, 带宽 8 nm, 参比波长 450 nm, 带宽 20 nm。

MEKC: 运行缓冲液由 30 mmol $\cdot\text{L}^{-1}$ 硼砂, 45 mmol $\cdot\text{L}^{-1}$ SDS, 体积分数 30% 甲醇构成, pH 无需再调, 分离电压 30 kV。

MEEKC: 运行缓冲液为含有 30 mmol $\cdot\text{L}^{-1}$ 硼砂, 体积分数 0.8% 正庚烷, 60 mmol $\cdot\text{L}^{-1}$ SDS, 体积分数 10% 正丁醇的微乳液体系, 超声振荡 10 min 后形成均一透明的溶液, 用 $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 NaOH 溶液调 pH 值至 10.2, 分离电压 22 kV。

2 结果与讨论

2.1 提取方法条件优化

本实验曾采用了煎煮回流法, 超声辅助提取和加速溶剂萃取 3 种方法对样品进行提取, 以龙胆苦苷和马钱子苷酸的提取率为指标, 对 3 种提取方法进行比较。结果表明, 煎煮回流法和超声辅助提取对龙胆苦苷的提取率分别为 ASE 的 91% 和 86%, 对马钱子苷酸的提取率分别为 ASE 的 86% 和 77%, 且 ASE 提取操作简单方便, 提取时间较短, 各操作参数可控, 提取过程重现性好, 因而选用加速溶剂萃取法进行提取。

在加速溶剂萃取的溶剂选择上, 考察了乙醇与水混合溶剂 (乙醇-水 = 80: 20), 甲醇, 乙酸乙酯, 正丁醇 4 种溶剂, 结果发现, 正丁醇和乙酸乙酯仅能对部分成分进行提取; 乙醇与水混合溶剂提取效率与甲醇接近, 但提取物需要蒸干后再用甲醇进行定容, 操作过程繁琐, 且易造成目标化合物损失; 而甲醇作为提取溶剂时, 效率较高, 多种成分得到高效提取, 提取后处理过程简单, 因而选用甲醇作为萃取溶剂。

对加速溶剂萃取的各参数进行优化设计, 最终确定以甲醇为萃取溶剂, 萃取温度为 100 $^{\circ}\text{C}$, 压力为 9.65 MPa 萃取时间为 10 min 萃取 1 次 (1 次萃取

即可提取 95% 以上的目标化合物, 故无需多次提取), 洗脱体积为萃取体积的 60%。在此条件下考察了本提取方法的回收率, 在样品中加入浓度分别为 3% 的龙胆苦苷和 1% 的马钱子苷酸对照品, 对提取液进行分析, 计算得到本方法对龙胆苦苷和马钱子苷酸的回收率分别为 95.2% 和 97.2%, 证明本方法提取效率较高。

2.2 HPCE 最佳分析条件的选择

分别考察了在 MEKC 和 MEEKC 模式下缓冲液组成和分离条件的变化对分离过程的影响, 优化了分析过程中所涉及到的重要参数。

2.2.1 MEKC 最佳分离条件的选择

① MEKC 电泳介质对分离过程的影响: 选择了磷酸盐和硼砂缓冲体系进行研究, 结果表明: 硼砂缓冲体系优于磷酸盐缓冲体系。在本工作中, 加甲醇主要目的是增溶。实验发现, 甲醇的体积分数小于 10% 时, 分离效果不好, 且毛细管容易堵, 而甲醇的体积分数大于 40%, 分离效果也不好, 这可能是甲醇量过多, 影响胶束的形成, 从而影响分离效果。

以硼砂缓冲盐浓度, SDS 表面活性剂浓度, pH 值, 甲醇含量为考察因素, 进行 4 因素 3 水平 $L_9(3^4)$ 正交实验设计, 最终选定“1.3”所示的条件为最佳条件。

④ MEKC 分离条件的选择: 采用了 17, 20, 23, 25, 28, 30 kV 不同的分离电压进行实验, 结果发现, 随着电压的增大, 能缩短分离时间, 且峰形不会受到显著影响, 因而选用 30 kV 为分离电压。实验观察了分离温度为 20, 23, 25, 28, 30 °C 对迁移时间和分离效果的影响。结果发现, 温度对其改善作用不明显, 本工作选择接近室温的 25 °C。进样体积对于分析结果有一定影响, 进样体积过小, 重现性则较差, 信噪比较小, 不利于分析, 进样体积过大则会对分离造成影响, 难以实现目标成分与其他成分的基线分离, 综合考虑, 选用压力进样方式, 压力为 5 kPa, 进样时间为 5 s。

2.2.2 MEEKC 最佳分离条件的选择

① MEEKC 电泳介质对分离过程的影响: 本实验考察了在其他条件固定的情况下缓冲液 pH 值在 8.0~11.5 内变化时对 MEEKC 分离选择性的影响。研究表明, pH 的变化对保留时间的影响不显著, 但是随着 pH 的增加分离度和柱效发生了显著改变, 在 pH 低于 9.5 时峰形很差。在 pH 9.5~11.5 时, 随着 pH 的逐渐提高, 峰形得到改善但分离度有所降低。pH 对 MEEKC 分离的影响是个复杂的过程, 包括电渗流

(EOF) 的变化、被分析物的电离和被分析物与油滴间电荷相互作用的改变等, 因此分离选择性的改变是综合作用的结果。综合考虑分离度和峰形, 选择 pH = 10.2 为最佳值。

SDS 浓度是影响 MEEKC 分离的重要因素, 它影响组分的容量因子, 从而影响电迁移。本实验考察了在其他条件固定的情况下, SDS 浓度从 30~100 mmol·L⁻¹ 对分离的影响, 结果表明, 当 SDS 浓度较低时分离较差, 目标化合物与其他组分相互重叠, 当 SDS 浓度增至 60 mmol·L⁻¹ 时, 各组分才达到基线分离。随着 SDS 浓度的增大, 由于 EOF 减小以及油滴表面负电荷的增多, 保留时间随之延长。综合考虑分析时间和分离度的影响, 选择 60 mmol·L⁻¹ 为 SDS 的最佳浓度。

与 MEKC 不同, 为了增加微乳液的稳定性, 需加入助表面活性剂, 助表面活性剂的选择需满足微乳液的组分匹配规律。本工作对正丁醇和乙酸乙酯进行实验, 发现使用乙酸乙酯作助表面活性剂的微乳液体系进行电动分离, 组分的保留时间重现性较差, 原因是乙酸乙酯的亲水性较差, 造成微乳液体系的稳定性降低, 分离重现性变差。实验还考察了在其他条件固定的情况下, 正丁醇浓度对分离的影响, 结果表明, 随着微乳体系中正丁醇的体积分数从 8% 增至 14%, 迁移时间延长。原因是正丁醇浓度增加, 电渗流速度降低, 引起迁移时间增加; 正丁醇浓度对柱效影响较大, 综合考虑分析时间和分离度等因素, 选择正丁醇最佳含量为 10%。

实验比较了在其他条件固定的情况下, 硼砂浓度在 10~50 mmol·L⁻¹ 内对分离的影响。结果表明, 随着硼砂浓度增加, 龙胆苦苷和马钱子苷酸与其他组分的分离效果有所改善, 但分析时间增大。兼顾分离效果和迁移时间两因素, 选择最佳硼砂浓度 30 mmol·L⁻¹。

④ MEEKC 分离条件的选择: 在 10~30 kV 内, 电压越高, 分离速度越快, 但在较高电压下, 分离效果及峰形较差, 且噪音明显增大, 不利于分析的精度, 因而选用较为适中的 22 kV 作为分离电压, 效果较好。考察了 20~40 °C 之间的温度变化, 结果表明, 温度对分离过程影响不大, 因而选用室温 25 °C 作为工作温度即可, 无需进行特别的升温或降温设定。

2.2.3 样品分离效果

采用优化后的提取方法和 HPCE 工作条件, 测定对照品溶液和供试品溶液, 比较两种对照品溶液及供试品溶液电泳谱图, 见图 1。

可以看出在“1.3”所述的仪器工作条件下色谱峰峰形较好,目标组分与其他组分达到了基线分离,可准确测定其峰面积及峰高并进行定量分析。两种模式均具有较为满意的分离度,但 MEEKC 的基线噪音高于 MEKC,这是由于 MEEKC 缓冲液成分复杂造成的。

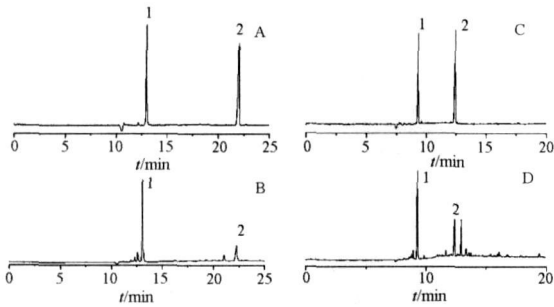


图 1 MEKC 和 MEEKC 模式下对照品和龙胆药材提取物的电泳谱图

A-对照品 (MEKC); B-样品 (MEKC); C-对照品 (MEEKC); D-样品 (MEEKC); 1-龙胆苦苷; 2-马钱子苷酸

Fig 1 Electropherogram of two standards and extract of Radix Gentianae under MEKC and MEEKC mode

A- standard (MEKC); B- sample (MEKC); C- standard (MEEKC); D- sample (MEEKC); 1- gentiopicoside; 2- loganic acid

2.3 标准曲线的绘制

分别吸取 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL 1.0 g·L⁻¹ 的对照品储备液,用超纯水定容至 1 mL,配制成 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 g·L⁻¹ 的标准溶液。按照“1.3”所述工作条件分别进样分析,分别测定两种对照品的峰面积,以峰面积为横坐标,对照品质量浓度 (mg·L⁻¹) 为纵坐标,绘制标准曲线。两种分离模式下,龙胆苦苷和马钱子苷酸的线性回归方程及相关系数,见表 1。分析结果表明,在 0.1~1.0 g·L⁻¹ 内,两种对照品浓度与峰面积之间呈良好的线性关系。

表 1 两种分离模式下龙胆苦苷和马钱子苷酸的线性回归方程和相关系数

Tab 1 Linear equations and correlation coefficient of gentiopicoside and loganic acid by MEKC and MEEKC mode

Mode	Gentiopicoside	Loganic acid
MEKC	$Y = 1.6565X + 1.7926$ $r = 0.9985$	$Y = 1.3528X + 0.3100$ $r = 0.9960$
MEEKC	$Y = 1.7497X + 0.2546$ $r = 0.9837$	$Y = 1.3772X + 0.4469$ $r = 0.9960$

2.4 两种模式的方法学考察及其比较

2.4.1 精密度的实验 按照“1.2”HPCE 工作条件,对龙胆苦苷和马钱子苷酸对照品溶液进行了 6 次重复进样分析,测得其峰面积和保留时间,分别计算其标准偏差,在两种模式下,两种对照品的峰面积和保留时间 RSD 值见表 2。结果表明,在两种模式下,仪器都具有相当高的精密度,但 MEEKC 比 MEKC 稍

差。

2.4.2 稳定性实验 将供试品溶液按照“1.2”HPCE 工作条件,分别在 0, 3, 6, 9, 12, 24, 36, 48 h 时进样测定,结果显示,供试品溶液中龙胆苦苷和马钱子苷酸在 48 h 内峰面积和保留时间无明显变化,在两种模式下,两种对照品的峰面积和保留时间 RSD 值,见表 2。结果表明,供试品溶液在 48 h 内化学性质稳定。

2.4.3 重复性实验 精密称取同一种样品 5 份,按照“2.1”处理方法制成供试品溶液,按照“1.2”的 HPCE 工作条件进样测定,测得龙胆苦苷和马钱子苷酸峰面积和保留时间,并计算其标准偏差,峰面积和保留时间的 RSD 值分别见表 2 表明该方法重现性良好。

2.4.4 回收率实验 精密称取 1.0 g 已知龙胆苦苷和马钱子苷酸含量的龙胆样品 6 份,定量加入对照品,按“2.1”处理方法将其制成供试品溶液,按“1.2”的 HPCE 工作条件测定加标回收率,每份样品平行进样 3 次,结果取平均值,并计算 RSD,结果见表 2。结果表明,本法回收率高,测定结果准确,方法可行。

表 2 两种分离模式下测定龙胆苦苷和马钱子苷酸的方法学参数

Tab 2 Methodology factors of gentiopicoside and loganic acid determined by MEKC and MEEKC mode

Methodology factors	MEKC mode		MEEKC mode	
	Gentiopicoside	Loganic acid	Gentiopicoside	Loganic acid
Precision t/min	0.32	0.18	0.44	0.30
RSD % (n=6)	0.41	0.47	0.53	0.56
Stability t/min	1.55	0.82	1.63	2.14
RSD % (n=8)	0.89	0.27	1.22	2.31
Repeatability	2.37	0.81	2.16	1.29
RSD % (n=5)	1.35	0.99	2.08	1.74
Recovery % (n=3)	96.3	98.0	100.5	105.1
RSD %	0.98	1.25	2.33	3.01
Detect limit/mg·L ⁻¹	6.5	8.2	9.9	5.7

2.4.5 检测限实验 将样品逐级稀释进样,测定其峰高响应值及基线噪音强度,以 3 倍信噪比计算其检测限,结果表明,在选定的仪器工作条件下,龙胆苦苷和马钱子苷酸检测限均低于 10 mg·L⁻¹。

2.5 样品测定

将 6 处不同产地龙胆样品,按“1.2”处理方法将其制成供试品溶液,按“1.3”HPCE 工作条件,测定其中龙胆苦苷和马钱子苷酸的含量,每批样品进行了 3 次平行测定,结果见表 3。由表 3 中结果可见,不同产地龙胆样品中龙胆苦苷和马钱子苷酸含量差异较大,内蒙古产龙胆样品中龙胆苦苷和马钱

子苷酸含量均为最高,而湖北产龙胆样品中龙胆苦苷含量最低,四川产龙胆样品中样品中马钱子苷酸含量最低。两种模式对龙胆苦苷和马钱子苷酸含量的测定值均较为接近。两种对照品的含量之间并无明显的对应关系。仅以龙胆苦苷含量为标准,6处不同产地的龙胆药材均能满足2005年版《中国药典》规定的龙胆质量标准。采用t检验对两种模式的测定结果进行比较,对各不同产地龙胆药材中两种成分的测定结果分别进行计算,取 $\alpha = 0.05$, $f = n_1 + n_2 - 2 = 4$ 所得t值均小于 $t(\alpha, f)$ 的临界值2.776,表明两种模式下的测定结果之间不存在显著性差异。

表3 6处不同产地龙胆样品中龙胆苦苷和马钱子苷酸的含量. $n = 3$

Tab 3 Contents of gentiopicroside and loganic acid in Radix Gentianae of six different regions $n = 3$

Producing area	MEKC mode/%				MEEKC mode/%			
	Gentiopicroside		Loganic acid		Gentiopicroside		Loganic acid	
	Content	RSD	Content	RSD	Content	RSD	Content	RSD
Nemenggu	4.80	1.92	1.42	2.29	4.76	3.21	1.38	2.18
Henan	2.35	1.96	1.00	3.41	2.32	1.33	1.07	2.22
Jilin	3.97	2.31	0.92	1.73	3.89	2.52	1.03	2.16
Sichuan	1.89	3.11	0.82	2.82	2.01	2.62	0.90	3.27
Gansu	3.66	0.98	1.01	0.86	3.61	3.13	1.06	0.98
Hubei	1.36	1.57	1.37	2.31	1.35	1.05	1.35	1.59
Average	3.005	1.98	1.09	2.24	2.99	2.31	1.13	2.07

3 结论

本实验所建立的龙胆中龙胆苦苷和马钱子苷酸的MEKC和MEEKC分析方法具有前处理过程简单,提取效率高,分离效果好,运行费用低,重现性高等优点,与MEKC相比,MEEKC具有分离时间短,分离电压低等优点,但其稳定性和精密度不如MEKC。两种方法均可用于龙胆药材中龙胆苦苷和马钱子苷酸含量的测定及其质量控制,将其用于实际的提取物分析工作中,方法快捷,结果可靠。本实验的研究拓宽了HPCE技术在中药材分析中的应用范围,对其他药材中类似成分的分析具有一定的借鉴意义。采用MEKC建立龙胆药材指纹图谱的方法正在研究中。

REFERENCES

[1] YANG S B, WANG C. The research of chemical constituent and pharmaceutical action of gentianaceae[J]. *Acta Chin Med Pharm*

macol(中医学报), 2005, 33(6): 54-56
 [2] YANG W X, ZHOU L, GENG H L, et al. A survey of study of chemical components of medicinal plants of *Gentianaceae*[J]. *Acta Bot Borali Occident Sin*(西北植物学报), 2003, 23(12): 2235-2240.
 [3] LIANG X Y, TIAN Q, LI C F, et al. Gentiopicroside content in violet Gentian by LC-MS and HPLC[J]. *Chin Tradit Pat Med*(中成药), 2006, 28(4): 548-552.
 [4] LU Y C, LIN P C, JI L J, et al. Determination of three efficacious component in different parts of radix gentianae by HPLC[J]. *Chin Trad Pat Med*(中成药), 2005, 27(11): 1356-1357.
 [5] CAO Y N, SUN Y, LI L, et al. HPLC Determination of Gentiopicroside in Radix Gentianae[J]. *Chin J Pharm Anal*(药物分析杂志), 2005, 25(1): 81-83.
 [6] MOU S F, LIU Y J. The principle and application of accelerated solvent extraction[J]. *Mod Sci Instru*(现代科学仪器), 2001, 3: 18-20.
 [7] MOU S F, LIU K N, YAN Y, et al. Accelerated solvent extraction (ASE) and application on environmental analysis[J]. *Envir Chem*, 1997, 16(4): 387-391.

(收稿日期: 2006-10-25)

《中国药学杂志》协办单位

山东达因海洋生物制药股份有限公司 (Shandong Dyne Marine Organism Pharmaceutical Co., Ltd.)
 浙江医药股份有限公司新昌制药厂 (Zhejiang Medicine Co., Ltd. Xinchang Pharmaceutical Factory)
 北京双鹤药业股份有限公司 (Beijing Double-Crane Pharmaceutical Co., Ltd.)
 山东博士伦福瑞达制药有限公司 (Shandong Bausch & Lomb Freda Pharmaceutical Co., Ltd.)
 湖北葛店人福药业有限责任公司 (Hubei Gedian Humanwell Pharmaceutical Co., Ltd.)
 重庆华邦制药股份有限公司 (Chongqing Huapont Pharm. Co., Ltd.)
 杭州中美华东制药有限公司 (Hangzhou Zhongn ei Huadong Pharmaceutical Co., Ltd.)