

周氏克金岩方中 6 种黄酮指标成分的 UV 在线检测

韩曼¹, 吴芳², 张旭³, 尹莲^{1*}

(1. 南京中医药大学药学院, 南京 210046; 2. 昆山市淀山湖人民医院, 江苏 昆山 215345;
3. 南京中医药大学 研究生院, 南京 210046)

[摘要] **目的:**建立周氏克金岩方中 6 种黄酮指标成分的快速 UV 在线检测方法。**方法:**用 HPLC 测定 39 批周氏方提取液中儿茶素、羟基红花黄色素 A、金丝桃苷、异槲皮苷、槲皮苷、槲皮素 6 种黄酮指标成分含量;同时将这 39 批提取液在 200 ~ 500 nm 进行 UV 全波长扫描,取每隔 1 nm 的紫外吸光度。分别将 HPLC 测得各提取液 6 指标成分含量与其 301 个紫外吸光度进行逐步回归,建立 6 种指标成分含量的 UV 预测方程,另取 8 批周氏方提取液分别用 HPLC 和 UV 预测法测定其实际含量和预测含量,检验预测结果的可靠性。**结果:**6 种指标成分 UV 预测方程的相关系数依次为 0.935,0.963,0.911,0.956,0.926,0.890。8 批验证提取液中各指标成分的实际含量与预测含量结果的相关系数分别为 0.946 5,0.976 5,0.907 9,0.981 9,0.911 4,0.896 2;两组值间偏差小;经 *t* 检验,两组数据间没有显著性差异。**结论:**UV 预测法结果可靠、准确,方法快速、方便,可用于周氏方生产过程中 6 种黄酮指标成分的在线检测。

[关键词] 周氏方; UV 光谱检测; 儿茶素; 羟基红花黄色素 A; 金丝桃苷; 异槲皮苷; 槲皮苷; 槲皮素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)09-0056-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014090056

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/doi/10.13422/j.cnki.syfjx.000068.html>

[网络出版时间] 2014-02-25 13:49

UV on-line Detection of Six Flavonoids Index Ingredients in Zhou's Prescription

HAN Man¹, WU Fang², ZHANG Xu³, YIN Lian^{1*}

(1. Nanjing University of Chinese Medicine, College of Pharmacy, Nanjing 210046, China;
2. Dian Shan Hu People's Hospital, Kunshan, 215354, China;
3. Nanjing University of Chinese Medicine, Graduate School, Nanjing 210046, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the rapid UV on-line detection for six flavonoids ingredients of zhou's prescription. **Method:** Six flavonoids index ingredients contents (catechin, hydroxysafflor yellow A, hyperoside, isoquercitrin, quercitrin quercetin) in 39 batches of zhou's extracting solution were measured by HPLC. The UV spectra of the same samples' were scanned and take the UV absorbance value among 200 nm to 500 nm every 1 nm. The wavelength which were detected by the above method and the six flavonoids index ingredients contents which were determined by HPLC were chosen to stepwise regress analyze and establish the prediction equations of six flavonoids index ingredients. Other 8 batches of extracting solution of zhou's prescription were determined by HPLC and UV prediction to test the UV prediction method. **Result:** The correlation coefficients of equations of each flavonoids index ingredients were: catechin, 0.935; hydroxysafflor yellow A: 0.963; hyperoside: 0.911;

[收稿日期] 20130922(002)

[基金项目] 国家“十一五”科技支撑计划项目(2006BAH1B08-01);江苏省社会发展项目(BE2011848);江苏省“六大人才高峰计划”(10-yy-078)

[第一作者] 韩曼,在读硕士研究生,从事中药化学研究,Tel:15950567783,E-mail:hm880126@163.com

[通讯作者] *尹莲,教授,硕士生导师,从事中药复方化学研究,Tel:025-85811512,E-mail:yinlian162@163.com

isoquercitrin: 0.956; quercitrin: 0.926; quercetin: 0.890. The correlation coefficients of six flavonoids contents determined by HPLC and UV prediction were: catechin, 0.946 5; hydroxysafflor yellow A: 0.976 5; hyperoside: 0.907 9; isoquercitrin: 0.981 9; quercitrin: 0.911 4; quercetin: 0.896 2. The deviation of six flavonoids index ingredients contents measured by the two methods were low. T-test show that there was no significant difference between UV prediction and HPLC method. **Conclusion:** The result of UV prediction was reliable and accurate, the UV prediction method was rapide and convenient, so it can be used for on-line testing six flavonoids ingredients in producing of Zhou's prescription.

[Key words] Zhou's prescription; detection of UV spectra; catechin; hydroxysafflor yellow A; hyperoside; isoquercitrin; quercitrin; quercetin

为实现中药生产过程中各环节的在线质量控制,建立快速的在线检测方法成为迫切需要。HPLC是应用最为广泛且成熟的含量测定方法^[1],但由于其所需的分析时间较长、仪器设备复杂、条件要求较高,不能满足生产过程的快速在线检测要求。目前中药近红外在线快速检测法^[2-8]研究报道较多,用UV光谱法对单味中药中单个指标成分的定量分析曾有报道^[9-11]。中药复方成分复杂,以多指标成分作为质控标准已成为必然,但用UV光谱在线检测方法实现多指标成分在中药生产过程中的在线检测研究,还未见研究报道。

周氏克金岩方(周氏方)是周仲瑛教授的抗肺癌临床经验方,由红花、麦冬、苏木、仙鹤草、鱼腥草、金荞麦等13味药组成,在改善肺癌患者临床症状、稳定瘤体、防止复发、提高生活质量等方面均有良好的作用。经前期的系统筛选,黄酮类成分为周氏方抗肺癌的主要有效组分,儿茶素、羟基红花黄色素A、金丝桃苷、异槲皮苷、槲皮苷及槲皮素为其黄酮类组分多指标成分。本论文以周氏方提取液为实例,研究周氏方中6种黄酮指标成分UV在线检测方法,以实现周氏方生产过程中多指标成分的快速在线检测,并为中药复方生产过程中的在线检测、实时监控提供研究思路。

1 材料

1.1 仪器 Waters 2695-2998型高效液相色谱仪,Empower工作站(Waters,美国);Diamondsil C₁₈(4.6 mm×250 mm,5 μm),UV-2401型紫外分光光度计(岛津,日本),BP 211D型电子分析天平(德国Sartorius)。

1.2 试药 红花为菊科植物红花 *Carthamus tinctorius* L. 的干燥花[(产地及批号,下同)新疆110102,新疆120201]。仙鹤草为蔷薇科植物龙芽草 *Agrimonia pilosa* Ledeb. 的干燥地上部分(湖北110405,湖北101222,浙江110301,湖北111212,湖

北110929)。麦冬为百合科植物麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L. f) Ker Gawl 的干燥块根(四川120201,四川120302)。苏木为豆科植物苏木 *Caeslpinia sappan* L. 的干燥心材(广西091004,广西101110,江西120201,江西120201)。金荞麦为蓼科植物金荞麦 *Fagopyrum dibotrys* (D. Don) Hara 的干燥根茎(贵州091208,贵州110118,湖北120201,湖北120520)。鱼腥草为三白草科植物蕺菜 *Houttuynia cordata* Thunb. 的新鲜全草或干燥地上部分(浙江110421,江西100406,湖北110101,河南120201,河南120306)。胆南星为制天南星的细粉与牛、羊或猪胆汁经加工而成,或为生天南星细粉与牛、羊或猪胆汁经发酵加工而成(四川080422,四川120905)。玉竹为百合科植物玉竹 *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce 的干燥根茎(湖南121101)。南沙参为桔梗科植物轮叶沙参 *Adenophora tetraphylla* (Thunb.) Fisch. 或者沙参 *Adenophora stricta* Miq. 的干燥根(安徽120510)等。药材均经南京中医药大学药学院中药鉴定教研室刘训红教授鉴定。儿茶素(批号110877-200001)、羟基红花黄色素A(批号111637-200502)、金丝桃苷(批号111521-200303)、槲皮苷(批号111538-200403)、槲皮素(批号100081-200406),购自原中国药品生物制品检定所;异槲皮苷购自南京泽朗医药科技有限公司(经HPLC面积归一化法测定纯度均>98%)。甲醇、乙腈为色谱纯(Merck公司,德国),水为怡宝纯净水,其余试剂均为分析纯。

2 方法

2.1 对照品溶液的制备 精密称取对照品儿茶素11.40 mg、金丝桃苷9.95 mg、异槲皮苷8.51 mg、槲皮苷15.20 mg、槲皮素14.63 mg分别置25 mL量瓶中,各加70%甲醇适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,得各对照品储备液。再精密称取对照品羟基红花黄色素A 35.30 mg于10 mL量瓶中,再分别精密吸取各

对照品储备液适量于上述量瓶中,加 70% 甲醇稀释至刻度,摇匀,即得混合对照品储备液,其中儿茶素 $0.0456\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、羟基红花黄色素 A $3.530\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、金丝桃苷 $0.0398\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、异槲皮苷 $0.0340\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、槲皮苷 $0.1216\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、槲皮素 $0.0234\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

2.2 供试品溶液的制备 取不同产地批号的组方药按周氏方处方随机组合成周氏方 39 批,称取 0.2 倍处方量的全方药材粗粉(约 32.6 g),加 70% 乙醇浸泡,回流提取,提取液减压浓缩后,得供试液(约 0.3 g 生药/mL)冷藏保存。取制备的供试液 15 mL,旋干溶剂,用 70% 甲醇定容至 10 mL,作为 HPLC 测试供试品(约 0.45 g 生药/mL)。取 1 批制备的周氏方供试液依次用 70% 乙醇稀释 100,250,400,500,625,835,1 000 倍,用于 UV 光谱扫描分析。

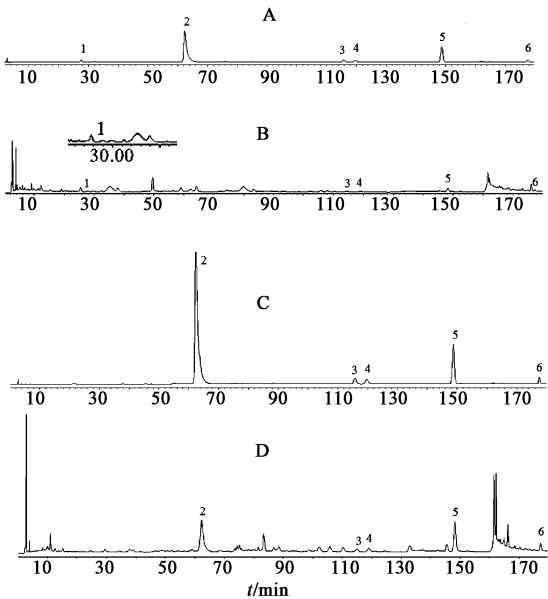
2.3 色谱条件 Diamonsil C_{18} 色谱柱($4.6\text{ mm}\times 250\text{ nm}$, $5\text{ }\mu\text{m}$),流动相乙腈 A-0.7% 磷酸水 B 溶液,梯度洗脱(0~5 min, 4%~7% A;5~40 min, 7% A;40~42 min, 7%~9% A;42~68 min, 9% A;68~70 min, 9%~12% A;70~128 min, 12% A;128~130 min, 12%~15% A;130~156 min, 15% A;156~158 min, 15%~23% A;158~180 min, 23% A),流速 $1.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$,检测波长 280,350 nm,柱温 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$;进样量 $20\text{ }\mu\text{L}$ 。其中 280 nm 用于检测儿茶素,其余成分均在 350 nm 处检测。上述色谱条件下,分析样品与对照品,见图 1。

3 结果与讨论

3.1 6 种指标成分的 HPLC 测定方法学考察

3.1.1 线性关系考察 将混合对照品储备液依次稀释,制得质量浓度为对照品储备液的 1/40,1/25,1/20,1/10,1/5,1/1 的混合对照品溶液。取各浓度混合对照品溶液,按照 2.3 项下分别进样 $20\text{ }\mu\text{L}$,记录 6 种成分峰面积。以进样量对峰面积进行线性回归,得回归方程、相关系数及线性范围,结果见表 1。

3.1.2 精密度试验 精密吸取同一周方 HPLC 供试品溶液 $20\text{ }\mu\text{L}$ 按照 2.3 项下连续进样 6 次,记录



1. 儿茶素;2. 羟基红花黄色素 A;3. 金丝桃苷;
4. 异槲皮苷;5. 槲皮苷;6. 槲皮素

图 1 周氏克金岩方中混合对照品在 280 nm (A)、350 nm (C) 及样品在 280 nm (B)、350 nm (D) 的 HPLC

色谱峰面积,计算各成分峰面积的 RSD,结果儿茶素 0.43%、羟基红花黄色素 A 0.43%、金丝桃苷 0.40%、异槲皮苷 1.13%、槲皮苷 0.41%、槲皮素 1.08%,表明仪器精密度良好。

3.1.3 稳定性试验 取同一供试品溶液,室温放置,分别于 0,4,8,12,16,20,24 h 按照 2.3 项下进样 $20\text{ }\mu\text{L}$,计算各成分峰面积的 RSD,结果儿茶素 0.44%、羟基红花黄色素 A 0.63%、金丝桃苷 0.37%、异槲皮苷 1.17%、槲皮苷 0.37%、槲皮素 1.06%,表明供试品在 24 h 内稳定。

3.1.4 重复性试验 取同一组合全方药材粗粉(约 32.6 g),共 6 份,精密称定,分别按 2.2 项下制备成周方 HPLC 供试品溶液,按照 2.3 项下进样 $20\text{ }\mu\text{L}$ 。以标准曲线计算各指标成分含量,6 种指标成分含量的 RSD 分别为儿茶素 1.90%、羟基红花黄色

表 1 6 种黄酮指标成分线性关系

指标成分	检测波长/nm	回归方程	线性相关系数/ R^2	线性范围/ μg
儿茶素	280	$Y=6.9\times 10^5X-151.25$	0.999 8	0.023~0.912
羟基红花黄色素 A	350	$Y=7.5\times 10^5X-1\ 097.0$	0.999 6	1.765~70.600
金丝桃苷	350	$Y=1.9\times 10^6X-8\ 063.8$	0.999 7	0.020~0.796
异槲皮苷	350	$Y=2.6\times 10^6X-2\ 660.9$	1.000 0	0.017~0.680
槲皮苷	350	$Y=4.5\times 10^6X-15\ 141$	0.999 8	0.061~2.432
槲皮素	350	$Y=2.6\times 10^6X-2\ 700.4$	0.999 6	0.012~0.468

素 A 0.65%、金丝桃苷 1.02%、异槲皮苷 1.46%、槲皮苷 1.41%、槲皮素 1.33%。

3.1.5 加样回收率试验 取已知含量的全方药材粗粉 9 份,每份约 1.63 g,精密称定,分别精密加入

低、中、高不同剂量的混标溶液,按 **2.2** 项下制备成周方 HPLC 供试品溶液,按照 **2.3** 项下进样 20 μL 。以标准曲线计算各指标成分含量,计算加样回收率,结果见表 2。

表 2 6 种成分加样回收率

指标成分	剂量	样品含量/mg($n=3$)	加入量/mg	测得总量/mg($\bar{x}\pm s, n=3$)	回收率/%	RSD/%
儿茶素	低	0.135 3 $\pm$ 0.004 0	0.043 8	0.177 6 $\pm$ 0.001 0	99.07	2.91
	中		0.051 1	0.186 7 $\pm$ 0.002 0		
	高		0.073 0	0.207 7 $\pm$ 0.003 0		
羟基红花黄色素 A	低	1.779 6 $\pm$ 0.050 0	3.388 8	5.180 1 $\pm$ 0.040 0	102.31	1.50
	中		3.953 6	5.840 1 $\pm$ 0.060 0		
	高		5.648 0	7.635 5 $\pm$ 0.060 0		
金丝桃苷	低	0.052 0 $\pm$ 0.003 0	0.038 2	0.089 2 $\pm$ 0.001 0	98.93	1.70
	中		0.044 5	0.095 7 $\pm$ 0.001 0		
	高		0.063 6	0.115 9 $\pm$ 0.001 0		
异槲皮苷	低	0.049 3 $\pm$ 0.002 0	0.032 6	0.081 5 $\pm$ 0.001 0	98.56	2.47
	中		0.038 1	0.086 2 $\pm$ 0.001 0		
	高		0.054 4	0.103 3 $\pm$ 0.001 0		
槲皮苷	低	0.179 7 $\pm$ 0.005 0	0.116 8	0.294 7 $\pm$ 0.003 0	100.36	2.33
	中		0.136 2	0.316 2 $\pm$ 0.003 0		
	高		0.194 6	0.377 7 $\pm$ 0.002 0		
槲皮素	低	0.047 2 $\pm$ 0.002 0	0.022 4	0.069 1 $\pm$ 0.001 0	99.12	2.68
	中		0.026 2	0.073 1 $\pm$ 0.001 0		
	高		0.037 4	0.084 4 $\pm$ 0.001 0		

3.2 波段选择及稀释倍数考察 取 **2.2** 项下制备的不同稀释倍数供试品于 200 ~ 800 nm 进行扫描,结果显示样品在 200 ~ 500 nm 处有吸收,稀释 250 倍时的样品 UV 光谱在 200 ~ 500 nm 间的吸光度基本在 0.1 ~ 0.9 之间,适合定量要求。因此选择稀释 250 倍的周氏方浓缩液,即 0.001 2 g 生药 $\cdot\text{mL}^{-1}$ 周方提取液可作为在 200 ~ 500 nm 处 UV 扫描的供试品溶液,进行周氏方 6 个黄酮指标成分 UV 光谱在线检测研究。

3.3 UV 预测法方法学考察 取 **3.2** 项下稀释倍数制备的周氏方 UV 扫描供试品溶液 1 批,在 200 ~ 500 nm 重复测定 6 次 UV 光谱,测得各波长点吸光度的 RSD 均 $<3\%$,说明该方法精密度良好。

取 **3.2** 项下稀释倍数制备的周氏方 UV 扫描供试品溶液 1 批,分别于 0, 10, 20, 30, 45, 60 min 在 200 ~ 500 nm 测定 UV 光谱,测得各波长点吸光度的 RSD 均 $<3\%$,说明供试品溶液在 1 h 内稳定。

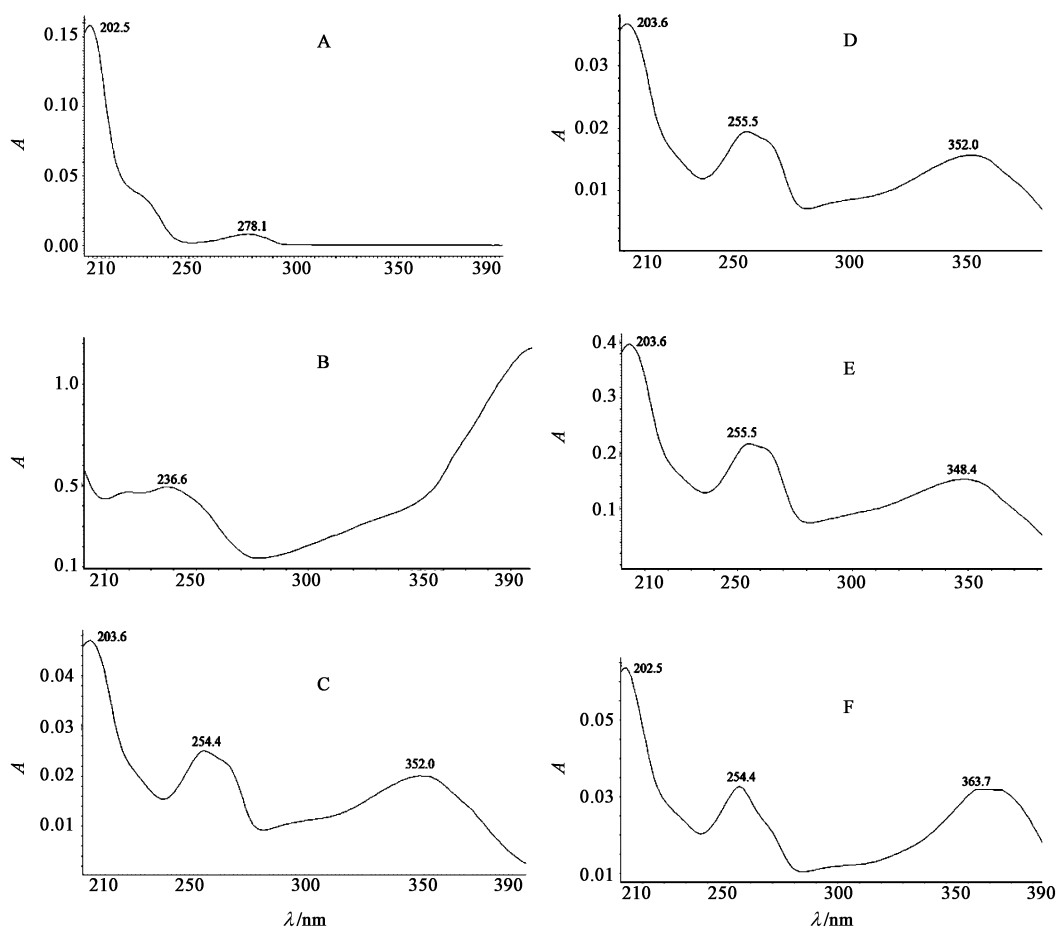
取 **2.2** 项下周氏方供试液 1 批,按 **3.2** 项下稀

释倍数制备 6 份周氏方 UV 扫描供试品溶液,在 200 ~ 500 nm 重复测定 6 次 UV 光谱,测得各波长点吸光度的 RSD 均 $<3\%$,说明方法重复性良好。

3.4 预测方程建立

3.4.1 UV 扫描 6 指标成分结构及 UV 光谱见图 2。取 **2.2** 项下 39 批周氏方供试液,分别稀释 250 倍,在 200 ~ 500 nm 进行 UV 光谱扫描,重复 3 次,记录每隔 1 nm 的吸光度,共 301 个波长点的紫外吸光度,取 3 次扫描结果的平均值。

3.4.2 建立预测方程 采用逐步回归方法优选最佳测定波长,建立预测方程。取 **2.2** 项周氏方 39 批 HPLC 测试供试液,按照 **2.3** 项下的色谱条件进行 HPLC 测定,并根据表 1 回归方程计算出 6 种指标成分的实际含量。取 **3.4.1** 项下 39 批周方提取液的 UV 扫描值,将各扫描样品 301 个波长点的紫外吸光度作为自变量,对应样品中各指标成分在扫描样品中的实际含量作为因变量,分别用 SPSS 19.0 进行逐步回归,得到最优方程,见表 3。



A. 儿茶素;B. 羟基红花黄色素 A;C. 金丝桃苷;D. 异槲皮苷;E. 槲皮苷;F. 槲皮素
图 2 周氏方中 6 种黄酮指标成分 UV

表 3 6 种黄酮指标成分的 UV 预测方程

样品中指标 成分/mg·L ⁻¹	预测方程	<i>r</i>
儿茶素	$Y = 0.029 + 0.162X_{390\text{ nm}} - 0.041X_{205\text{ nm}} + 0.041X_{218\text{ nm}}$	0.935
羟基红花黄色素 A	$Y = -0.238 + 17.104X_{404} - 12.246X_{319\text{ nm}} - 15.661X_{500\text{ nm}} + 14.681X_{254\text{ nm}} - 11.199.109X_{267\text{ nm}}$	0.963
金丝桃苷	$Y = -0.019 + 0.247X_{381\text{ nm}}$	0.911
异槲皮苷	$Y = 0.013 + 0.553X_{371\text{ nm}} - 0.503X_{436\text{ nm}} - 0.358X_{200\text{ nm}} + 0.426X_{201\text{ nm}} - 0.102X_{204\text{ nm}} + 0.318X_{491\text{ nm}}$	0.956
槲皮苷	$Y = -0.077 + 7.118X_{357\text{ nm}} - 27.717X_{436\text{ nm}} - 7.75X_{347\text{ nm}} + 24.82X_{440\text{ nm}} + 5.391X_{376\text{ nm}}$	0.926
槲皮素	$Y = -0.009 + 0.498X_{360\text{ nm}} - 0.028X_{226\text{ nm}} - 0.274X_{434\text{ nm}}$	0.890

结果表明,6 个指标成分预测方程的相关系数较高,相关系数>0.89。目前,在 UV 在线检测研究中,均选择与实际含量相关性高的波长,用一元回归方法建立预测方程^[10-11]。本研究前期选择与实际含量相关性高的波长建立预测方程,但相关性不高。本论文将 6 指标成分分别在 200~500 nm 301 个波长点的紫外吸光度,用逐步回归方法优选,保留相关性高的波长,所建立的预测方程相关系数高,能够更

准确的预测各指标成分含量。
3.5 预测结果的验证 为验证 6 个指标成分预测方程的准确性,将不同产地批号的组方药随机组合,分别按 2.2 项下和 3.2 项下制备成 8 批 HPLC 测试供试品和 UV 扫描供试品,并用 HPLC 和 UV 预测法测定 6 个黄酮成分的实际含量和预测含量,计算两数据间的偏差值、两组数据间的相关性及显著性,结果见表 4。

表 4 UV 预测法与 HPLC 测定 6 种黄酮成分结果比较

	儿茶素			羟 A			金丝桃			异槲皮苷			槲皮苷			槲皮素		
	实测值	预测值	偏差	实测值	预测值	偏差	实测值	预测值	偏差	实测值	预测值	偏差	实测值	预测值	偏差	实测值	预测值	偏差
1	0.0575	0.0572	-0.0003	1.1957	1.0604	-0.1353	0.038	0.0371	-0.0009	0.0321	0.0356	0.0035	0.081	0.0764	-0.0046	0.0399	0.0345	-0.0054
2	0.0596	0.0589	-0.0007	1.1487	1.1734	0.0247	0.0411	0.0412	0.0001	0.0315	0.0318	0.0003	0.106	0.0971	-0.0089	0.0247	0.0224	-0.0023
3	0.0611	0.0655	0.0044	1.0452	0.8909	-0.1543	0.0413	0.0377	-0.0036	0.0341	0.035	0.0009	0.105	0.1174	0.0124	0.0242	0.0221	-0.0021
4	0.0599	0.0632	0.0033	1.1681	1.0455	-0.1226	0.0378	0.0363	-0.0015	0.0294	0.0314	0.002	0.1262	0.1328	0.0066	0.0277	0.0308	0.0031
5	0.0625	0.0672	0.0047	1.1404	1.1107	-0.0297	0.0309	0.0332	0.0023	0.031	0.032	0.001	0.0928	0.1069	0.0141	0.0225	0.0202	-0.0023
6	0.0644	0.0709	0.0065	0.5991	0.6261	0.027	0.0405	0.0383	-0.0022	0.0454	0.0455	0.0001	0.123	0.1275	0.0045	0.0314	0.0321	0.0007
7	0.0598	0.0593	-0.0005	0.5272	0.5131	-0.0141	0.0336	0.0341	0.0005	0.0493	0.052	0.0027	0.1267	0.1251	-0.0016	0.0327	0.0322	-0.0005
8	0.0605	0.0644	0.0039	0.4177	0.4563	0.0386	0.0399	0.0391	-0.0008	0.0361	0.0398	0.0037	0.1245	0.1288	0.0043	0.0304	0.0276	-0.0028
r		0.9465			0.9765			0.9079			0.9819			0.9114			0.8962	
P		0.1614			0.7717			0.6457			0.6376			0.721			0.6116	

注:偏差 = 预测值 - 实测值。

结果表明,6 个黄酮指标成分实测值与预测值间的偏差值较小,两组间数据有较高的相关性,相关系数均 >0.89,经 *t* 检验,*P* > 0.05,表明两组间数据没有显著性差异。

由于药材产地、采收季节不同,指标成分含量差异较大,在周方组方药材中,儿茶素、金丝桃苷、异槲皮苷、槲皮苷、槲皮素为多个药材所共有,因此,选取较多批次的 6 指标成分归属药材,其他的药材批次较少或为 1 批。按周方药味组成及剂量随机组合 13 味药材 39 批,用于 UV 在线检测预测方程的建立,另取随机组合的 8 批药材验证预测结果,验证结果中 6 指标成分的含量差异较大,表明 UV 在线检测方法研究中样本的选择是客观可靠的。

通过分析预测结果同 HPLC 测定结果,两组数据间差别小,由此可见,本论文建立的周氏方 6 个黄酮指标成分 UV 预测法快速、简便、准确,可以替代 HPLC 法实现周氏方提取液中黄酮类指标成分的在线检测,从而大大节省了时间和成本。该法为周氏方提取、纯化、浓缩过程中实时监控提供依据,并为中药复方生产过程在线质量控制的研究提供了借鉴。

【参考文献】

[1] 梁生旺. 中药制剂分析. 北京:中国中医药出版社, 2007:85.

[2] 严诗楷,罗国安,王义明,等. 栀子药材提取工艺的近红外光谱实时控制方法研究[J]. 光谱学与光谱分析,2006,26(6):1026.

[3] Lu H Y, Wang S S, Cai R, et al. Rapid discrimination and quantification of alkaloids in *Corydalis* Tuber by

near-infrared spectroscopy [J]. J Pharm Biomed Anal, 2012,59:9.

[4] Gaub M, Roeseler Ch, Roos G, et al. Analysis of plant extracts by NIRS: simultaneous determination of kavapyrones and water in dry extracts of *Piper methysticum* Forst [J]. Pharm Biomed Anal, 2004, 36:859.

[5] Joubert E, Manley M, Gray BR, et al. Rapid measurement and evaluation of the effect of drying conditions on harpagoside content in *Harpagophytum procumbens* (devil's claw) root [J]. J Agric Food Chem, 2005, 53 (9):3493.

[6] 陈雪英,李页瑞,陈勇,等. 近红外光谱快速测定红花逆流提取过程中羟基红花黄色素 A 的含量[J]. 分析化学,2009,37(10):1451.

[7] 刘爽悦,李文龙,瞿海斌,等. 基于近红外光谱的丹红注射用提取过程质量在线检测方法研究[J]. 中国中药杂志,2013,38(11):1657.

[8] 李智慧,吴素香,石森林,等. HPLC 测定不同厂家在桂枝茯苓丸中丹皮酚及芍药苷[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(9):121.

[9] 江波,侯世祥,孙毅毅. 药液紫外吸收作为中药提取工艺评价指标的可行性考察[J]. 中草药,2000,31(3):188.

[10] 高晓燕,李娜,王耘,等. 清开灵注射液生产过程中栀子提取液快速质量检测[J]. 药物分析杂志,2006, 26(3):336.

[11] 高晓燕,李娜,范强,等. 清开灵注射液生产过程中金银花提取液的在线质量控制方法研究[J]. 光谱学与光谱分析,2006,26(5):904.

[责任编辑 顾雪竹]