

引用:杨小兰,尼玛次仁,白玛旦增,谢和兵.藏药十六味杜鹃花浓缩丸提取液中间体中总黄酮及羟基红花黄色素A的含量测定[J].中医药导报,2023,29(2):63-67.

民族医药

藏药十六味杜鹃花浓缩丸提取液中间体中总黄酮及羟基红花黄色素A的含量测定

杨小兰^{1,2}, 尼玛次仁³, 白玛旦增³, 谢和兵^{1,2,3,4}

(1.安徽中医药大学药学院,安徽 合肥 230012;

2.南通市海门长三角药物高等研究院,江苏 南通 226133;

3.西藏神猴药业有限责任公司,西藏 日喀则 858300;

4.南京归禾至康生物医药科技有限公司,江苏 南京 210003)

[摘要] 目的:建立十六味杜鹃花浓缩丸水提液中间体中总黄酮及羟基红花黄色素A的含量测定方法。方法:采用UV法,以芦丁为对照品,三氯化铝-醋酸-醋酸钠缓冲溶液(pH值=5.2)为显色剂,显色20 min,在420 nm波长下测定总黄酮含量;采用HPLC法,Ultimate XB-C₁₈为色谱柱,以甲醇-0.7%磷酸(三乙胺调节pH值=6.0)(27:73)为流动相,体积流量为1.0 mL/min,进样量为10 μ L,柱温为25 $^{\circ}$ C,在403 nm波长下,测定羟基红花黄色素A的含量。结果:芦丁对照品在3.8650~38.6502 μ g/mL范围内与吸光度值呈良好的线性关系,线性回归方程为 $Y=0.0353X+0.0007$, $r=0.9998$,平均加样回收率为96.84%, $RSD=0.89\%$ ($n=6$);羟基红花黄色素A对照品溶液在23.4411~195.3424 μ g/mL范围内与峰面积呈良好的线性关系, $Y=29.9700X-15.3126$, $r=0.9996$,平均加样回收率为99.49%, $RSD=0.67\%$ ($n=6$)。结论:该方法操作简便,准确,具有良好的精密度、重复性和稳定性,适用于十六味杜鹃花浓缩丸水提液中间体的质量控制。

[关键词] 十六味杜鹃花浓缩丸;总黄酮;羟基红花黄色素A;高效液相色谱法;紫外可见分光光度法

[中图分类号] R291.408 [文献标识码] A [文章编号] 1672-951X(2023)02-0063-05

DOI:10.13862/j.cn43-1446/r.2023.02.013

Content Determination of Total Flavonoids and Hydroxysafflor Yellow A in the Intermediates of Extracts of Shiliuwei Dujuanhua Nongsuowan (十六味杜鹃花浓缩丸) in Tibetan

YANG Xiaolan^{1,2}, NIMA Ciren³, BAIMA Danzeng³, XIE Hebing^{1,2,3,4}

(1.College of Pharmacy, Anhui University of Traditional Chinese Medicine, Hefei Anhui 230012, China;

2.Nantong Haimen Yangtze Delta Drug Advanced Research Institute, Nantong Jiangsu 226133, China;

3.Tibet God Monkey Pharmaceutical Co., Ltd., Xigaze Tibet 858300, China;

4.Nanjing Guihe Zhikang Biomedical Technology Co., Ltd., Nanjing Jiangsu 210003, China)

[Abstract] Objective: To establish a method for the content determination of total flavonoids and hydroxysafflor yellow A in the intermediates of extracts of Shiliuwei Dujuanhua Nongsuowan. Methods: The total flavonoids was determined at 420 nm by UV with rutin as the control and aluminum trichloride - acetic acid - sodium acetate buffer solution (pH5.2) as the chromogenic agent for 20 min. The content of hydroxysafflor yellow A was determined by HPLC with methanol-0.7% phosphoric acid (pH=6.0 adjusted by triethylamine) (27:73) as mobile phase, volume flow rate was 1.0 mL/min, injection volume was 10 μ L, column temperature was 25 $^{\circ}$ C and wavelength was 403 nm. Results: The rutin reference substance showed a good linear relationship with the absorbance value in the range of 3.8650~38.6502 μ g/mL. The linear regression equation was $Y=0.0353X+0.0007$, $r=0.9998$. The average recovery was 96.84%, $RSD=0.89\%$ ($n=6$). The linear range of hydroxysafflor yellow A was 23.4411~195.3424 μ g/mL, $Y=29.9700X-15.3126$, $r=0.9996$. The average recovery was 99.49%, $RSD=0.67\%$ ($n=6$).

Conclusion: The method is simple, accurate, with good precision, repeatability and stability. It is suitable for the quality control of the water extract intermediate of Shiliuwei Dujuanhua Nongsuowan.

[Keywords] Shiliuwei Dujuanhua Nongsuowan; total flavonoids; hydroxysafflor yellow A; high performance liquid chromatography; UV-vis spectrophotometry

藏药十六味杜鹃花浓缩丸由烈香杜鹃、石榴子、红花、豆蔻、荜茇、肉桂、石灰华、丁香、木香、肉豆蔻、沉香、广枣、葡萄干、螃蟹、力嘎都、甘草 16 味药材制成。目前市售的藏药十六味杜鹃花丸是原料药材生药粉直接入药制备的水泛丸,执行的现行标准为 1995 年版《中华人民共和国卫生部药品标准·藏药:第一册》(WS3-BC-0193-95)^[1]。其质量标准中只有药品性状和烈香杜鹃药材的薄层定性鉴别,无成分的定量测定,且质量控制水平较低。本试验在对处方组成药味所含有的有效物质和主要成分、药材性质综合分析基础上,将一部分药材按照原粉碎工艺粉碎入药,另一部分药材(石榴子、红花、甘草、广枣、荜茇、力嘎都、葡萄干)进行提取入药,制备浓缩丸,并采用 UV 法和 HPLC 法建立了十六味杜鹃花浓缩丸制备过程中的水提液中间体总黄酮和羟基红花黄色素 A 的含量测定方法,以期对十六味杜鹃花浓缩丸的质量控制及标准提升提供参考。

1 仪器与试剂

1.1 主要仪器 Agilent Technologies Cary 8454 UV-Vis 紫外分光光度计、Agilent 1100 液相色谱仪(美国安捷伦公司);色谱柱 Ultimate XB-C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)[月旭科技(上海)股份有限公司];色谱柱 ShimNex CS C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm)[岛津(上海)实验器材有限公司];XSR205DU/AC 型梅特勒电子天平(上海微峰生物技术有限公司);PHS-3C 雷磁酸碱计(上海仪电科学仪器股份有限公司);TGL-16B 高速离心机(常州中捷实验仪器制造有限公司)。

1.2 药物与试剂 红花(批号:20200301)、石榴子(批号:20200201)、葡萄干(批号:200401)、广枣(批号:20200301)、石灰华(批号:20200301)、螃蟹(批号:210801)、荜茇(批号:20200301)、力嘎都(批号:20200401)、肉桂(批号:20200301)、木香(批号:20200401)均购于西藏神猴药业有限责任公司;甘草(批号:210901)、烈香杜鹃(批号:211201)、豆蔻(批号:220228)、丁香(批号:220228)、肉豆蔻(批号:210501)、沉香(批号:210801)均购于安徽援康中药饮片股份有限公司。所有药材经江苏神猴医药研究有限公司质检均符合法定标准。芦

丁对照品(批号:100080-202012,含量:92.2%)、羟基红花黄色素 A 对照品(批号:111637-202111,含量:96.8%)均购于中国食品药品检定研究院;甲醇(批号:6808CU13)为色谱纯,磷酸(批号:20210906)、三乙胺(批号:C13683716)、冰醋酸(批号:20201013)为优级纯,无水氯化铝(批号:20211020)、醋酸钠三水合物(批号:C12861708)为分析纯,均购于国药集团化学试剂有限公司;水为娃哈哈纯净水。

2 方 法

2.1 提取液样品的制备 按处方比例称取石榴子 10 g,红花 8 g,甘草 5 g,广枣 4 g,荜茇 3 g,力嘎都 5 g,葡萄干 3 g,螃蟹 3 g,石灰华 7 g,以 10 倍量水,提取 3 次,每次 1 h,合并滤液并用 400 目聚丙烯滤网过滤,即得。

2.2 羟基红花黄色素 A 含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱:Ultimate XB-C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm);流动相:甲醇-0.7%磷酸(三乙胺调节 pH 值=6.0)(27:73);体积流量为 1.0 mL/min;检测波长为 403 nm;柱温 25 ℃;进样量为 10 μL。

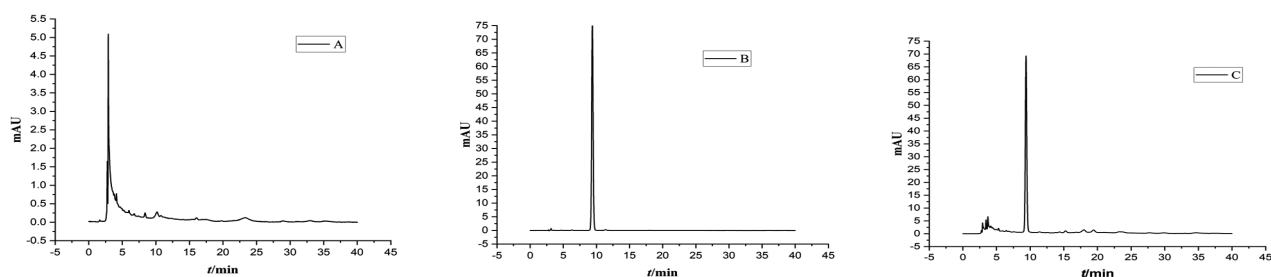
2.2.2 溶液的制备

2.2.2.1 羟基红花黄色素 A 对照品溶液的制备 精密称取羟基红花黄色素 A 对照品 10.09 mg,置 50 mL 量瓶中,加 25% 甲醇溶解并稀释至刻度,配制成质量浓度为 195.342 4 μg/mL 的对照品储备液;取 2 mL 对照品储备液,置 10 mL 量瓶中,用 25% 甲醇稀释至刻度,配制成质量浓度为 39.068 5 μg/mL 的对照品溶液。

2.2.2.2 供试品溶液的制备 取“2.1”项下提取液适量(批号:2022001),经 5 000 r/min 离心 5 min,精密吸取上清液 5 mL,置于 10 mL 的容量瓶中,加 25% 的甲醇定容,摇匀,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液即得供试品溶液。

2.2.2.3 阴性样品溶液的制备 取缺红花药味的阴性提取液,同“2.2.3”项下供试品溶液的制备方法制得。

2.2.3 专属性考察 精密量取“2.2.2.1”“2.2.2.2”“2.2.2.3”项下羟基红花黄色素 A 对照品溶液、供试品溶液、阴性对照品溶液各 10 μL,按“2.2.1”项下的色谱条件进样,记录色谱图。结



注:A.阴性对照品溶液;B.对照品溶液;C.供试品溶液

图 1 HPLC 专属性色谱图

果显示,供试品和对照品溶液的保留时间一致且峰形对称,阴性对照品在目标峰处无干扰,理论塔板数以羟基红花黄色素A计不低于8 000,表明该方法的专属性良好。(见图1)

2.2.4 线性范围考察 精密移取3.0、4.0、5.0、7.5、10.0 mL羟基红花黄色素A对照品储备液,分别置25 mL量瓶中,用25%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得线性对照品溶液1~5;取羟基红花黄色素A对照品储备液1 mL,作为线性对照品溶液6。按“2.2.1”项下色谱条件分别测定线性对照品溶液1~6,记录色谱峰面积。以对照品溶液的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,以对照品溶液中羟基红花黄色素A的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程为 $Y=29.970\,0X-15.312\,6$ ($r=0.999\,6$),说明羟基红花黄色素A在23.441 1~195.342 4 $\mu\text{g/mL}$ 的范围内有良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验 取“2.2.2.1”项下制备好的羟基红花黄色素A对照品溶液,按“2.2.1”项下色谱条件连续6次,记录峰面积,分别为1 189.4、1 189.3、1 177.2、1 186.2、1 186.2、1 190.6, RSD 为0.41% ($n=6$),表明仪器的精密度良好。

2.2.6 稳定性试验 精密移取“2.2.2.1”项下羟基红花黄色素A对照品溶液和“2.2.2.2”项下供试品溶液,按照“2.2.1”项下色谱条件,于室温条件下,分别在0、2、4、6、8、10、12、14、24、30、74 h进行测定,记录色谱图,以峰面积考察供试品溶液和对照品溶液的稳定性。测得对照品峰面积和供试品峰面积的 RSD 分别为0.48% ($n=11$)、0.37% ($n=11$),表明对照品溶液和供试品溶液在74 h内稳定性良好。

2.2.7 重复性试验 按“2.2.3.2”项下羟基红花黄色素A供试品溶液配制方法平行制备6份,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,按外标法以峰面积计算羟基红花黄色素A的含量,分别为11.201 0、11.066 3、11.237 3、11.267 2、11.115 5、11.089 8 mg/g , RSD 为0.75%,表明该方法的重复性良好。

2.2.8 加样回收率试验 精密移取“2.2.2.2”项下供试品溶液5 mL,精密加入“2.2.2.1”项下羟基红花黄色素A对照品储备液2 mL,置同一20 mL的量瓶中,用25%甲醇稀释至刻度,摇匀,0.45 μm 微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。平行制备6份。按“2.2.1”项下色谱条件测定,记录色谱峰,按外标法计算回收率。回收率在98.75%~100.57%之间,平均回收率为99.49%, RSD 值为0.67% ($n=6$),说明该方法准确度良好。(见表1)

表1 羟基红花黄色素A加样回收率试验结果

序号	羟基红花黄色素A 对照品加入量(μg)	供试品中 含量(μg)	实测值(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD (%)
1	390.684 8	350.238 7	736.826 6	98.95	99.49	0.67
2	390.684 8	350.238 7	739.470 8	99.63		
3	390.684 8	350.238 7	736.023 3	98.75		
4	390.684 8	350.238 7	740.274 1	99.83		
5	390.684 8	350.238 7	743.152 6	100.57		
6	390.684 8	350.238 7	737.864 2	99.22		

2.2.9 耐用性试验 按“2.2.1”项下色谱条件,单因素变化检测波长(± 2) nm、流速(± 0.2) mL/min、柱温(± 2) $^{\circ}\text{C}$ 、有机相比例(± 2)%、0.7%磷酸pH值(± 0.2),并更换为ShimNex CS C_{18} (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μm)色谱柱,羟基红花黄色素A含量的 RSD 均小于2.0%,表

明该方法在单因素变化条件下的耐用性良好。

2.3 总黄酮含量测定

2.3.1 溶液的制备

2.3.1.1 芦丁对照品溶液的制备 精密称取芦丁对照品10.48 mg,置于50 mL容量瓶中,加甲醇使其溶解,并稀释至刻度,摇匀,即得0.193 2 mg/mL 的对照品储备液。精密量取对照品储备液0.75 mL置于10 mL量瓶中,精密加入0.1 mol/L AlCl_3 溶液0.5 mL和NaAc-HAc缓冲溶液(pH=5.2)2.0 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,显色20 min,作为对照品溶液。

2.3.1.2 供试品溶液的制备 取“2.1”项下制备的样品适量(批号:2022001),经5 000 r/min离心5 min,精密吸取10 mL于50 mL锥形瓶,加入20 mL的甲醇,超声处理10 min,再次经5 000 r/min离心5 min,取上清液1.5 mL于10 mL的量瓶,精密加入0.1 mol/L AlCl_3 溶液0.5 mL和NaAc-HAc缓冲溶液(pH=5.2)2.0 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,显色20 min,作为供试品溶液^[9]。

2.3.1.3 阴性对照品溶液的制备 精密加入0.1 mol/L AlCl_3 溶液0.5 mL和NaAc-HAc缓冲溶液(pH=5.2)2.0 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,显色20 min,作为阴性对照品溶液。

2.3.2 最大吸收波长的确定 取“2.3.1.1”项下芦丁对照品溶液、“2.3.1.2”项下供试品溶液和“2.3.1.3”项下阴性对照品溶液,用紫外-可见分光光度计在200~600 nm进行全波长测定。结果显示对照品溶液在420 nm处有最大吸收,而供试品在390 nm处有最大的吸收,两者的吸光度较相近,且显色后的供试品溶液呈浅黄色,澄清透明,无沉淀析出,溶液稳定。

2.3.3 线性关系考察 精密移取“2.3.1.1”项下芦丁对照品储备液0.20、0.50、0.75、1.00、1.50、2.00 mL于10 mL量瓶中,分别精密加入0.1 mol/L AlCl_3 溶液0.5 mL、NaAc-HAc缓冲溶液2.0 mL,用甲醇稀释至刻度,摇匀,显色20 min,在波长420 nm处测定吸光度值,以芦丁浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程为 $Y=0.035\,3X+0.000\,7$, $r=0.999\,8$,表明对照品溶液浓度在3.865 0~38.650 2 $\mu\text{g/mL}$ 范围内有良好的线性关系。

2.3.4 精密度试验 同“2.3.1.2”法制备供试品溶液,显色20 min,在420 nm处测定吸光度值,连续测定6次,记录吸光度,吸光度平均值为0.456, RSD 为0.32%,表明仪器的精密度良好。

2.3.5 稳定性试验 精密吸取“2.3.1.2”项制备的供试品溶液1.5 mL置于10 mL容量瓶中,按“2.3.1.2”项显色20、25、30、35、40、45、50、55、60 min后,在420 nm波长处测定吸光度值, RSD 为1.40%,表明供试品溶液在60 min内稳定性良好。

2.3.6 重复性试验 同“2.3.1.2”法制备6份供试品溶液,显色20 min,在420 nm处测定吸光度值,记录吸光度值,计算总黄酮含量为6.621 7 mg/g , RSD 为0.85%,表明该方法的重复性良好。

2.3.7 加样回收率试验 精密加入“2.3.1.1”项下对照品储备液0.5 mL,“2.3.1.2”项下供试品溶液1.5 mL,于10 mL的量瓶中,按“2.3.1.2”项下供试品方法显色,在波长420 nm下测定吸光度值,记录吸光度值,计算回收率,结果平均回收率为96.84%, RSD 值为0.89% ($n=6$),说明该方法准确度良好。(见表2)

表 2 总黄酮加样回收率试验结果

序号	芦丁对照品加入量(μg)	供试品中含量(μg)	实测值(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	96.625 6	124.929 8	218.746 5	97.09	96.84	0.89
2	96.625 6	124.929 8	218.824 4	97.17		
3	96.625 6	124.929 8	217.233 7	95.53		
4	96.625 6	124.929 8	218.179 9	96.50		
5	96.625 6	124.929 8	218.257 8	96.58		
6	96.625 6	124.929 8	219.756 4	98.14		

2.4 提取液中间体样品测定结果 按“2.1”项下方法提取样品 3 份,分别以“2.2”“2.3”项下方法测定水提液中间体中羟基红花黄色素 A、总黄酮的含量,以峰面积和吸光度值代入回归方程计算其含量,结果见表 3。

表 3 3 批样品含量测定结果

试验号	红花称样量(g)	提取药材总质量(g)	提取液体积(mL)	羟基红花黄色素 A 的含量(mg/g)	总黄酮的含量(mg/g)
2022001	8.017	48.299 0	1 280	11.240 3	6.648 8
2022002	8.003	48.226 0	1 300	10.784 0	6.811 9
2022003	8.007	48.459 0	1 280	11.026 3	6.668 2
RSD(%)			0.89	2.07	1.33

3 讨 论

藏药十六味杜鹃花丸临床用于治疗浮肿、消化不良、腹胀疼痛、咳嗽音哑、头昏、头晕及水土不适。现代研究表明十六味杜鹃花丸防治慢性高原病、肺心病、慢阻肺等疾病具有显著的疗效^[3-5]。此外,本课题组前期开展的体外细胞药理学研究结果显示,十六味杜鹃花丸能够显著提高急性缺氧培养原代心肌细胞活力,显著降低急性缺氧培养原代心肌细胞凋亡,对培养心肌细胞缺氧引起的氧化应激有较好的保护作用,说明十六味杜鹃花丸具有显著的抗缺氧、提高缺氧耐受力的作用。

十六味杜鹃花浓缩丸是十六味杜鹃花丸的剂型改良产品,两者具有相同的处方。十六味杜鹃花浓缩丸水提液中间体涉及的各药材化学成分研究表明,其主要含有黄酮类、多糖类、多酚类、甾体类、无机盐等成分,其中红花、石榴子、甘草、广枣等药材中均含有黄酮类成分^[6-10]。现代药理学研究表明,黄酮类化合物具有提高缺氧耐受力、抗脑水肿及肺水肿等抗缺氧药效作用^[10-11];其中羟基红花黄色素 A 是红花中水溶性有效成分,属黄酮类化合物,也具有抗心肌缺血缺氧损伤、抗炎等多重药理作用^[9,12-13]。因此,本试验依据产品的药效作用,选择总黄酮及红花中黄酮类单体有效成分羟基红花黄色素 A 作为十六味杜鹃花浓缩丸水提液中间体的质量控制指标。

本试验参考 2020 年版《中华人民共和国药典》一部“红花”含量测定项下羟基红花黄色素 A 的测定方法,以甲醇-乙腈-0.7%磷酸(26:2:72)为流动相。结果显示目标峰羟基红花黄色素 A 峰形不对称,拖尾因子有逐渐偏大的趋势。参考相关文献^[14]调节流动相 pH 值,结果显示 pH 值=6.0 时,目标峰型对称性最佳,但依然存在目标峰有干扰现象,以及分离度不佳的问题。在此基础上,参考文献中方法^[13,15-19],以分离度、耐用性为评价指标,研究调节柱温和流动相的组成、比例,结果显

示柱温控制为 25℃,流动相为甲醇-0.7%磷酸(27:73)时,目标峰的分离度最佳。方法学验证显示,该方法具有良好的精密度、重复性和稳定性,能够高效、准确的测定十六味杜鹃花浓缩丸水提液中间体中羟基红花黄色素 A 的含量。

本试验总黄酮测定方法比较了文献报道的显色方法,结果发现供试品采用亚硝酸钠-硝酸铝-氢氧化钠显色法^[20-25],显色后溶液中有红色絮状物生成,直接影响结果的测定;供试品采用三氯化铝-醋酸-醋酸钠缓冲溶液显色法^[2,26-30],显色后溶液透明,澄清,未有沉淀析出。方法学验证显示,此方法精密度、重现性良好,能够高效、准确的测定十六味杜鹃花浓缩丸水提液中间体中总黄酮的含量。

本试验结果不但能够用于水提液中间体质量控制标准的制定,也为浓缩丸成品的质量标准制定以及市售十六味杜鹃花丸的质量标准提高提供参考。

参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国卫生部药品标准·藏药:第一册[S].北京:中国医药科技出版社,1995:205.
- [2] 杨雅欣,杨芳,明惠仪,等.比色法测定一枝黄花总黄酮含量的方法学研究[J].亚太传统医药,2017,13(22):17-19.
- [3] 扎西措,桑乾才让.藏药十六味杜鹃丸配红景天预防急性高原病的探讨[J].中国民族医药杂志,2018,24(12):3-4.
- [4] 王慧,樊会英,孙亚茹.藏药十六味杜鹃丸联合五味沙棘散治疗慢性阻塞性肺疾病的疗效[J].中国民族医药杂志,2022,28(2):26-27,41.
- [5] 公保才旦.藏药十六味杜鹃丸结合放血疗法治疗慢性肺心病[J].中国民族医药杂志,2013,19(8):2.
- [6] 李增晞,田凤居,吴秀英,等.广枣总黄酮对动物耐缺氧和急性心肌缺血的保护作用[J].中草药,1984,15(6):25-27.
- [7] 白勇,爱民,谢军,等.广枣总黄酮的研究概况[J].内蒙古医学院学报,2005,27(5):135-137.
- [8] 殷冬梅.红花抗缺氧脑损伤作用与 NO 及 NOS mRNA 表达的关系[D].苏州:苏州大学,2002.
- [9] 夏颖,赵利剑,朱慧渊.红花有效成分抗脑缺血再灌注损伤的机制研究[J].世界最新医学信息文摘,2016,16(34):135-136.
- [10] 鞠国泉.天然植物红花对小鼠抗疲劳和耐缺氧作用的实验研究[J].食品研究与开发,2006,27(8):92-94.
- [11] 李治伟,罗小琴,蔡畅,等.黄酮类化合物抗缺氧作用及其机制研究进展[J].吉林医药学院学报,2012,33(2):111-113.
- [12] 汪洁,陈纶华,李涵乔,等.羟基红花黄色素 A 对缺血再灌注损伤保护机制的研究进展[J].医学综述,2022,28(14):2739-2745.
- [13] 牛芬溪,刘悦,刘雅楠,等.羟基红花黄色素 A 的药理作用及研究进展[J].中国药理学杂志,2021,56(17):1372-1377.
- [14] 赵虎义,张德瑞,李彦铮,等.HPLC 测定蒙药沙日·毛都-9 丸中羟基红花黄色素 A 的含量[J].中国民族医药杂志,2022,28(5):59-60.

- [15] 何珊珊,万军,谭睿.高效液相色谱法测定肺热普清散中羟基红花黄色素A含量[J].中国药业,2013,22(19):29-30.
- [16] 戴作波,姜志戎.HPLC法测定麝香接骨丸中羟基红花黄色素A的含量[J].系统医学,2018,3(12):156-159.
- [17] 查娜,布音.建立清肝红花-7味散中羟基红花黄色素A的含量测定方法[J].世界最新医学信息文摘,2016,16(58):86-87.
- [18] 李鑫辉,王静雯,林丽美,等.丹参通络解毒汤中羟基红花黄色素A和丹酚酸B的含量测定[J].中华中医药学刊,2020,38(4):158-161.
- [19] 邢界红,刘庆玲,黎明.HPLC法测定蒙药清热八味丸中羟基红花黄色素A含量[J].北方药学,2021,18(9):1-3,8.
- [20] 黄冬梅,饶冬荣.紫外分光光度法测定健儿清解液中总黄酮的含量[J].广东化工,2021,48(13):202-203,211.
- [21] 李伟东,狄留庆,姚海峰,等.通塞脉微丸及中间体中总黄酮含量的紫外分光光度法测定[J].时珍国医国药,2009,20(10):2420-2421.
- [22] 周雪红,胡平,朱雪松,等.武当地区马尾松不同部位总黄酮的含量测定[J].中医药导报,2018,24(8):55-57.
- [23] 倪晓霞,王庆芬,魏浩泽,等.紫外分光光度法测定蒲地蓝灌肠液中总黄酮含量[J].中医药导报,2017,23(2):57-59.
- [24] 李兰茹,马慧萍.藏紫菀总黄酮及其两种黄酮成分的含量测定[J].中医药导报,2016,22(23):60-63.
- [25] 耿伟,季晓娟,艾尼娃尔·艾克木,等.维吾尔药腺果蔷薇不同部位总黄酮含量测定[J].中医药导报,2016,22(11):36-39.
- [26] 穆宏磊,邵海燕,陈杭君,等.荧光光度法测定芦笋中总黄酮含量[J].中国食品学报,2010,10(2):201-205.
- [27] 马转霞,孙岚萍,顾志荣,等.扶正治癥颗粒提取、成型工艺的优化[J].中成药,2021,43(10):2783-2788.
- [28] 倪晓霞,王庆芬,刘晓玲,等.复方黄连灌肠液的总黄酮测定方法研究[J].药学实践杂志,2019,37(4):352-356,374.
- [29] 刘云鹤,王晓林,钟方丽.三氯化铝显色法测定刺玫叶提取物总黄酮的含量[J].特产研究,2017,39(2):50-53.
- [30] 林华铭,杨梦成,谢飞,等.正交试验法优选刺玫蔷薇总黄酮提取工艺的研究[J].河南化工,2017,34(7):19-21.

(收稿日期:2022-07-09 编辑:刘颖)

(上接第46页)2016,6:32131.

- [8] 孙雅文,张明发,沈雅琴.女贞子及其活性成分降血糖、调血脂、抗肥胖作用研究进展[J].药物评价研究,2016,39(6):1086-1091.
- [9] 张继红,冯旻璐,许海燕,等.红景天苷通过调节Nrf2/HO-1和PPAR γ /CEBP α 信号通路抑制高脂诱导的大鼠肥胖[J].中药材,2020,43(5):1211-1216.
- [10] LIN S Y, DAN X, DU X X, et al. Protective effects of salidroside against carbon tetrachloride(CCl₄)-induced liver injury by initiating mitochondria to resist oxidative stress in mice[J]. Int J Mol Sci,2019,20(13):E3187.
- [11] FENG J, CHEN K, XIA Y, et al. Salidroside ameliorates autophagy and activation of hepatic stellate cells in mice via NF- κ B and TGF- β 1/Smad3 pathways[J]. Drug Des Devel Ther,2018,12:1837-1853.
- [12] 刘佳.女贞子免疫增强活性成分分离鉴定及作用机制研究[D].咸阳:西北农林科技大学,2021.
- [13] 李彦灵,龚曼,曾凡一,等.HPLC法测定不同产地女贞子中红景天苷、女贞苷、特女贞苷的含量[J].中医药学报,2019,47(2):54-57.
- [14] 许玲玲,杨晓东,陈菲,等.酶解法提取女贞子中红景天苷的工艺研究[J].中医药信息,2017,34(4):29-34.
- [15] 郭加加,黄君梅,王飞.冰乙酸水解法提高女贞子提取物中红景天苷含量[J].应用与环境生物学报,2013,19(4):723-726.
- [16] 辛云霞,王萍,巫先坤,等.正交优化微波提取女贞子中红景天苷工艺[J].海峡药学,2012,24(8):42-44.
- [17] 黄君梅,谭玉柱,董小萍.女贞子中红景天苷的提取纯化工艺优选[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(10):60-62.
- [18] 王丹,石力夫,胡晋红.从女贞子中提取红景天苷的工艺研究[J].中成药,2006,28(5):750-752.
- [19] 蒋梅香,陈聪,杨冬豪,等.不同采收月份女贞子中红景天苷和特女贞苷含量动态变化研究[J].中医药导报,2018,24(18):58-60.
- [20] 赵丽丽,冯毅凡.女贞子中三萜类和环烯醚萜类成分研究进展[J].广东药学院学报,2012,28(1):107-111.
- [21] 王丹,吕亚丽,刘春生,等.女贞子中裂环环烯醚萜总苷的含量测定[J].药学服务与研究,2012,12(1):52-54.
- [22] 蒲忠慧,陈希文,王雄清,等.均匀设计法优选红景天苷提取工艺的研究[J].食品研究与开发,2016,37(14):51-54.
- [23] SHI L, MA Y, CAI Z. Quantitative determination of salidroside and specnuezhenide in the fruits of Ligustrum lucidum Ait by high performance liquid chromatography[J]. Biomed Chromatogr,1998,12(1):27-30.
- [24] 霍雨佳,岳琳,刘颖,等.酒制对女贞子饮片主要化学成分含量的影响[J].中国实验方剂学杂志,2018,24(1):26-30.
- [25] 吕华璞,王英.中药化学技术[M].4版.北京:人民卫生出版社,2018.

(收稿日期:2022-07-23 编辑:刘颖)