



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101716215 A

(43) 申请公布日 2010.06.02

(21) 申请号 200910218047.4

G01N 30/86 (2006.01)

(22) 申请日 2009.12.21

A61K 125/00 (2006.01)

(71) 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

(72) 发明人 刘志强 闫峻 刘舒 皮子凤
宋凤瑞 刘忠英

(74) 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任
公司 22001

代理人 马守忠

(51) Int. Cl.

A61K 36/315 (2006.01)

A61P 11/04 (2006.01)

A61P 31/04 (2006.01)

A61P 31/12 (2006.01)

A61P 35/00 (2006.01)

A61P 37/04 (2006.01)

G01N 27/62 (2006.01)

G01N 30/02 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种中药板蓝根的质量检测方法

(57) 摘要

本发明提供了一种中药板蓝根的质量检测方法,经水提取,乙醇处理,乙酸乙酯和水饱和正丁醇依次萃取、浓缩、定容等样品前处理手段将中药板蓝根处理后,通过电喷雾质谱得到中药板蓝根的指纹图谱;利用高效液相色谱法测定嘌呤和核苷类成分的含量,综合其指纹图谱及含量测定数据,可以对中药板蓝根的质量进行评价,该质量检测方法准确、快捷、方便、有效。

1. 一种中药板蓝根的质量检测方法,其特征在于步骤和条件如下:

(1) 供试样品溶液的制备

以板蓝根为原料,称取板蓝根药材饮片 2-10g,加 40-200mL 水分别煎煮两次,每次 1h,过滤,合并滤液,加入滤液 3 倍体积的乙醇,搅匀,静置 24h,过滤,减压浓缩并干燥,得到板蓝根水提取物,将得到的板蓝根水提取物加 25-100mL 水使溶解,加入 25-100mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次,合并乙酸乙酯萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇匀,即为供试品溶液 1;萃取后的部分加入 25-100mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次,合并水饱和正丁醇萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL,即为供试品溶液 2;

(2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到:取 5-10 μ L 供试品溶液 1,用甲醇稀释至 100-500 μ L,做电喷雾质谱分析,电喷雾质谱实验条件如下:大气压化学电离源,正离子电离方式,放电电流为 4.0-5.0 μ A,气化温度 350-450 $^{\circ}$ C,流动注入泵进样流速 3-8 μ L/min,扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000,在 m/z 100-300 范围内,存在 m/z 120、m/z 146、m/z 149、m/z 163、m/z 181、m/z 187、m/z 239、m/z 249、m/z 263 和 m/z 279 离子;

(3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱:4.6mm \times 250mm,5 μ m;柱温:20-35 $^{\circ}$ C;流动相:水和甲醇;水与甲醇体积比为 90:10-95:5;洗脱时间:15-30min;紫外检测器检测波长:230-280nm;样品进样量:5-20 μ L;

嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下:分别精密称取 1mg 的标准对照品:腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷,加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中,配成标准对照品溶液;

高效液相色谱测定:各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样,测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积;以所得各标准对照品峰面积为纵坐标,各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线,分别计算得线性回归方程;然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定,得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积,根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量,并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例,经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.04-0.06mg/g、尿苷 0.16-0.20mg/g、鸟苷 0.14-0.17mg/g、腺苷 0.27-0.30mg/g,完成一种中药板蓝根的质量检测方法。

一种中药板蓝根的质量检测方法

技术领域

[0001] 本发明属于天然药物化学领域,具体涉及一种中药板蓝根的质量检测方法,

背景技术

[0002] 板蓝根 (RADIXISATIDIS) 是十字花科植物菘蓝 (*Isatis indigotica* Fort.) 的干燥根,具有清热解毒,凉血利咽之功效,用于温毒发斑,舌绛紫暗,痄腮,喉痹,烂喉丹痧,大头瘟疫,丹毒,痈肿^[1],现代药效学研究表明,板蓝根具有抗菌、抗病毒、抗内毒素、免疫增强和抗肿瘤等药理作用^[2-6],目前,对板蓝根的质量控制方法主要是基于靛蓝、靛玉红等成分的定量分析^[7,8],不足以从整体上控制板蓝根的质量,作为一味临床常用中药,其真伪优劣受其产地、采收时间以及干燥条件等诸多因素的影响,因此,有必要建立一种科学的质量检测方法对板蓝根的质量进行评价,(参考文献:[1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典 [M]. 北京:化学工业出版社,2005:142-143. [2] 赵艳玲,曹琳,王伽伯,等. 板蓝根正丁醇部位指纹图谱的聚类分析及抑菌活性相关分析 [J]. 中药材,2005,28(12):1079-1082. [3] 胡兴昌,程佳蔚,刘士庄,等. 板蓝根凝集素效价与抑制感冒病毒作用关系的实验研究 [J]. 上海中医药大学学报,2001,15(3):238-240. [4] 侯琦,程桂芳,张成义,等. 4种刺激剂及抗炎药对 HL-60 细胞生成 IL-8 的影响 [J]. 药学学报,2000,35(3):173-176. [5] 许益民,陆平成,王永珍,等. 板蓝根多糖促进免疫功能的实验研究 [J]. 中西医结合杂志,1991,11(6):357-359. [6] 梁永红,侯华新,黎丹戎,等. 板蓝根二酮 B 体外抗癌活性研究 [J]. 中草药,2000,31(7):531-533. [7] 罗巍伟,贺英菊,王凌,等. HPLC 测定板蓝根提取物中靛蓝和靛玉红的含量 [J]. 华西药学杂志,2004,19(6):455-456. [8] 王邦林,王强. 板蓝根、大青叶中靛玉红、靛蓝的高效液相色谱分析 [J]. 天津药学,1994,69(3):30-33.)

发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种中药板蓝根的质量检测方法,该方法利用中药板蓝根的电喷雾质谱做指纹图谱,并利用高效液相色谱法测定了中药板蓝根中嘌呤和核苷类成分的含量,保证了中药板蓝根质量检测方法的科学性和质量检测的先进性,

[0004] 本发明利用软电离质谱技术对中药板蓝根进行检测,根据得到的中药板蓝根的电喷雾指纹图谱中特征指纹峰的个数及强度,对中药板蓝根的质量进行初步评价,本发明考虑到中药板蓝根中含有多种嘌呤和核苷类成分,并且以腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷为主,因此本发明以这四种成分作为标准对照品,通过高效液相色谱测定,得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积,根据标准曲线测定供试样品中腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷含量,完成一种中药板蓝根的质量检测方法,

[0005] 实施本发明的技术方案如下:

[0006] (1) 供试样品溶液的制备

[0007] 以板蓝根为原料,称取板蓝根药材饮片 2-10g,加 40-200mL 水分别煎煮两次,每次

1h, 过滤, 合并滤液, 加入滤液 3 倍体积的乙醇, 搅匀, 静置 24h, 过滤, 减压浓缩并干燥, 得到板蓝根水提取物, 将得到的板蓝根水提取物加 25-100mL 水使溶解, 加入 25-100mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次, 合并乙酸乙酯萃取液, 减压浓缩并干燥, 残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇匀, 即为供试品溶液 1; 萃取后的部分加入 25-100mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次, 合并水饱和正丁醇萃取液, 减压浓缩并干燥, 残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL, 即为供试品溶液 2,

[0008] (2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

[0009] 样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到: 取 5-10 μ L 供试品溶液 1, 用甲醇稀释至 100-500 μ L, 做电喷雾质谱分析, 电喷雾质谱实验条件如下: 大气压化学电离源, 正离子电离方式, 放电电流为 4.0-5.0 μ A, 气化温度 350-450 $^{\circ}$ C, 流动注入泵进样流速 3-8 μ L/min, 扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000, 在 m/z100-300 范围内, 存在 m/z120、m/z146、m/z149、m/z163、m/z181、m/z187、m/z239、m/z249、m/z263 和 m/z279 离子,

[0010] (3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

[0011] 高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱: 4.6mm \times 250mm, 5 μ m; 柱温: 20-35 $^{\circ}$ C; 流动相: 水和甲醇; 水与甲醇体积比为 90:10-95:5; 洗脱时间: 15-30min; 紫外检测器检测波长: 230-280nm; 样品进样量: 5-20 μ L;

[0012] 嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下: 分别精密称取 1mg 的标准对照品: 腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷, 加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中, 配成标准对照品溶液;

[0013] 高效液相色谱测定: 各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样, 测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积; 以所得各标准对照品峰面积为纵坐标, 各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线, 分别计算得线性回归方程; 然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定, 得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积, 根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量, 并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例, 经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.04-0.06mg/g、尿苷 0.16-0.20mg/g、鸟苷 0.14-0.17mg/g、腺苷 0.27-0.30mg/g, 完成一种中药板蓝根的质量检测方法,

[0014] 有益效果: 本发明利用中药板蓝根的电喷雾质谱作为指纹图谱, 再结合高效液相色谱对中药板蓝根中嘌呤和核苷类成分的含量测定结果, 可以对中药板蓝根的质量进行评价,

附图说明

[0015] 图 1 是供试品溶液 1 的 APCI-MS 指纹图谱,

具体实施方式

[0016] 实施例 1

[0017] (1) 供试样品溶液的制备

[0018] 以板蓝根为原料, 称取板蓝根药材饮片 2g, 加 40mL 水分别煎煮两次, 每次 1h, 过滤, 合并滤液, 加入滤液 3 倍体积的乙醇, 搅匀, 静置 24h, 过滤, 减压浓缩并干燥, 得到板蓝根水提取物, 将得到的板蓝根水提取物加 25mL 水使溶解, 加入 25mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次, 合并乙酸乙酯萃取液, 减压浓缩并干燥, 残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇

匀,即为供试品溶液 1;萃取后的部分加入 25mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次,合并水饱和正丁醇萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL,即为供试品溶液 2,

[0019] (2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

[0020] 样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到:取 5 μ L 供试品溶液 1,用甲醇稀释至 100 μ L,做电喷雾质谱分析,电喷雾质谱实验条件如下:大气压化学电离源,正离子电离方式,放电电流为 4.0 μ A,气化温度 380 $^{\circ}$ C,流动注入泵进样流速 3 μ L/min,扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000,在 m/z100-300 范围内,存在 m/z120、m/z146、m/z149、m/z163、m/z181、m/z187、m/z239、m/z249、m/z263 和 m/z279 离子,

[0021] (3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

[0022] 高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱:4.6mm \times 250mm,5 μ m;柱温:20 $^{\circ}$ C;流动相:水和甲醇;水与甲醇体积比为 90 : 10-95 : 5;洗脱时间:20min;紫外检测器检测波长:250nm;样品进样量:20 μ L;

[0023] 嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下:分别精密称取 1mg 的标准对照品:腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷,加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中,配成标准对照品溶液;

[0024] 高效液相色谱测定:各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样,测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积;以所得各标准对照品峰面积为纵坐标,各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线,分别计算得线性回归方程;然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定,得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积,根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量,并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例,经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.04-0.05mg/g、尿苷 0.17-0.18mg/g、鸟苷 0.15-0.17mg/g、腺苷 0.28-0.30mg/g,完成一种中药板蓝根的质量检测方法,

[0025] 实施例 2

[0026] (1) 供试样品溶液的制备

[0027] 以板蓝根为原料,称取板蓝根药材饮片 4g,加 80mL 水分别煎煮两次,每次 1h,过滤,合并滤液,加入滤液 3 倍体积的乙醇,搅匀,静置 24h,过滤,减压浓缩并干燥,得到板蓝根水提取物,将得到的板蓝根水提取物加 50mL 水使溶解,加入 50mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次,合并乙酸乙酯萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇匀,即为供试品溶液 1;萃取后的部分加入 50mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次,合并水饱和正丁醇萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL,即为供试品溶液 2,

[0028] (2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

[0029] 样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到:取 6 μ L 供试品溶液 1,用甲醇稀释至 150 μ L,做电喷雾质谱分析,电喷雾质谱实验条件如下:大气压化学电离源,正离子电离方式,放电电流为 4.3 μ A,气化温度 400 $^{\circ}$ C,流动注入泵进样流速 7 μ L/min,扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000,在 m/z100-300 范围内,存在 m/z120、m/z146、m/z149、m/z163、m/z181、m/z187、m/z239、m/z249、m/z263 和 m/z279 离子,

[0030] (3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

[0031] 高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱:4.6mm \times 250mm,5 μ m;柱温:30 $^{\circ}$ C;流动

相:水和甲醇;水与甲醇体积比为 90 : 10-90 : 10;洗脱时间:15min;紫外检测器检测波长:265nm;样品进样量:15 μ L;

[0032] 嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下:分别精密称取 1mg 的标准对照品:腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷,加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中,配成标准对照品溶液;

[0033] 高效液相色谱测定:各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样,测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积;以所得各标准对照品峰面积为纵坐标,各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线,分别计算得线性回归方程;然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定,得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积,根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量,并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例,经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.05-0.06mg/g、尿苷 0.16-0.18mg/g、鸟苷 0.16-0.17mg/g、腺苷 0.27-0.29mg/g,完成一种中药板蓝根的质量检测方法,

[0034] 实施例 3

[0035] (1) 供试样品溶液的制备

[0036] 以板蓝根为原料,称取板蓝根药材饮片 6g,加 120mL 水分别煎煮两次,每次 1h,过滤,合并滤液,加入滤液 3 倍体积的乙醇,搅匀,静置 24h,过滤,减压浓缩并干燥,得到板蓝根水提取物,将得到的板蓝根水提取物加 50mL 水使溶解,加入 50mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次,合并乙酸乙酯萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇匀,即为供试品溶液 1;萃取后的部分加入 50mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次,合并水饱和正丁醇萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL,即为供试品溶液 2,

[0037] (2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

[0038] 样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到:取 8 μ L 供试品溶液 1,用甲醇稀释至 250 μ L,做电喷雾质谱分析,电喷雾质谱实验条件如下:大气压化学电离源,正离子电离方式,放电电流为 4.2 μ A,气化温度 450 $^{\circ}$ C,流动注入泵进样流速 5 μ L/min,扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000,在 m/z100-300 范围内,存在 m/z120、m/z146、m/z149、m/z163、m/z181、m/z187、m/z239、m/z249、m/z263 和 m/z279 离子,

[0039] (3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

[0040] 高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱:4.6mm \times 250mm,5 μ m;柱温:25 $^{\circ}$ C;流动相:水和甲醇;水与甲醇体积比为 95 : 5-95 : 5;洗脱时间:30min;紫外检测器检测波长:230nm;样品进样量:10 μ L;

[0041] 嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下:分别精密称取 1mg 的标准对照品:腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷,加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中,配成标准对照品溶液;

[0042] 高效液相色谱测定:各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样,测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积;以所得各标准对照品峰面积为纵坐标,各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线,分别计算得线性回归方程;然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定,得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积,根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量,并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例,经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.05-0.06mg/g、尿苷 0.17-0.20mg/g、鸟苷 0.16-0.17mg/g、腺苷 0.29-0.30mg/g,完成一种中药板蓝根的质量检测方法,

[0043] 实施例 4**[0044] (1) 供试样品溶液的制备**

[0045] 以板蓝根为原料,称取板蓝根药材饮片 8g,加 160mL 水分别煎煮两次,每次 1h,过滤,合并滤液,加入滤液 3 倍体积的乙醇,搅匀,静置 24h,过滤,减压浓缩并干燥,得到板蓝根水提取物,将得到的板蓝根水提取物加 100mL 水使溶解,加入 100mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次,合并乙酸乙酯萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇匀,即为供试品溶液 1;萃取后的部分加入 100mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次,合并水饱和正丁醇萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL,即为供试品溶液 2,

[0046] (2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

[0047] 样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到:取 9 μ L 供试品溶液 1,用甲醇稀释至 400 μ L,做电喷雾质谱分析,电喷雾质谱实验条件如下:大气压化学电离源,正离子电离方式,放电电流为 4.1 μ A,气化温度 420 $^{\circ}$ C,流动注入泵进样流速 6 μ L/min,扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000,在 m/z100-300 范围内,存在 m/z120、m/z146、m/z149、m/z163、m/z181、m/z187、m/z239、m/z249、m/z263 和 m/z279 离子,

[0048] (3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

[0049] 高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱:4.6mm \times 250mm,5 μ m;柱温:35 $^{\circ}$ C;流动相:水和甲醇;水与甲醇体积比为 90 : 10-95 : 5;洗脱时间:25min;紫外检测器检测波长:280nm;样品进样量:5 μ L;

[0050] 嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下:分别精密称取 1mg 的标准对照品:腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷,加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中,配成标准对照品溶液;

[0051] 高效液相色谱测定:各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样,测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积;以所得各标准对照品峰面积为纵坐标,各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线,分别计算得线性回归方程;然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定,得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积,根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量,并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例,经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.05-0.06mg/g、尿苷 0.16-0.19mg/g、鸟苷 0.14-0.16mg/g、腺苷 0.27-0.29mg/g,完成一种中药板蓝根的质量检测方法,

[0052] 实施例 5**[0053] (1) 供试样品溶液的制备**

[0054] 以板蓝根为原料,称取板蓝根药材饮片 10g,加 200mL 水分别煎煮两次,每次 1h,过滤,合并滤液,加入滤液 3 倍体积的乙醇,搅匀,静置 24h,过滤,减压浓缩并干燥,得到板蓝根水提取物,将得到的板蓝根水提取物加 100mL 水使溶解,加入 100mL 乙酸乙酯分别萃取 3 次,合并乙酸乙酯萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL 摇匀,即为供试品溶液 1;萃取后的部分加入 100mL 水饱和正丁醇分别萃取 3 次,合并水饱和正丁醇萃取液,减压浓缩并干燥,残渣以 50% (V/V) 甲醇溶解并定容至 10mL,即为供试品溶液 2,

[0055] (2) 供试样品的电喷雾指纹图谱

[0056] 样品的电喷雾指纹图谱通过如下步骤得到:取 10 μ L 供试品溶液 1,用甲醇稀释

至 500 μ L, 做电喷雾质谱分析, 电喷雾质谱实验条件如下: 大气压化学电离源, 正离子电离方式, 放电电流为 4.5 μ A, 气化温度 350 $^{\circ}$ C, 流动注入泵进样流速 8 μ L/min, 扫描范围质荷比 (m/z) 50-1000, 在 m/z 100-300 范围内, 存在 m/z 120、 m/z 146、 m/z 149、 m/z 163、 m/z 181、 m/z 187、 m/z 239、 m/z 249、 m/z 263 和 m/z 279 离子,

[0057] (3) 嘌呤和核苷类成分含量测定

[0058] 高效液相色谱实验条件如下: C_{18} 色谱柱: 4.6mm \times 250mm, 5 μ m; 柱温: 25 $^{\circ}$ C; 流动相: 水和甲醇; 水与甲醇体积比为 95 : 5-95 : 5; 洗脱时间: 30min; 紫外检测器检测波长: 270nm; 样品进样量: 5 μ L;

[0059] 嘌呤和核苷类成分含量测定方法如下: 分别精密称取 1mg 的标准对照品: 腺嘌呤、尿苷、鸟苷和腺苷, 加 50% 甲醇 (V/V) 定容至 10mL 容量瓶中, 配成标准对照品溶液;

[0060] 高效液相色谱测定: 各标准对照品溶液分别以 2、4、6、8、10 μ L 进样, 测得各标准对照品的高效液相色谱峰面积; 以所得各标准对照品峰面积为纵坐标, 各对应标准对照品含量为横坐标分别做标准曲线, 分别计算得线性回归方程; 然后对供试品溶液 2 进行高效液相色谱测定, 得到各标准对照品对应色谱峰的峰面积, 根据标准曲线测得供试品溶液 2 中各标准对照品的含量, 并结合供试品 2 的质量与原生药材的质量的比例, 经计算得到各标准对照品的含量为腺嘌呤 0.05-0.06mg/g、尿苷 0.18-0.20mg/g、鸟苷 0.16-0.17mg/g、腺苷 0.28-0.30mg/g, 完成一种中药板蓝根的质量检测方法。

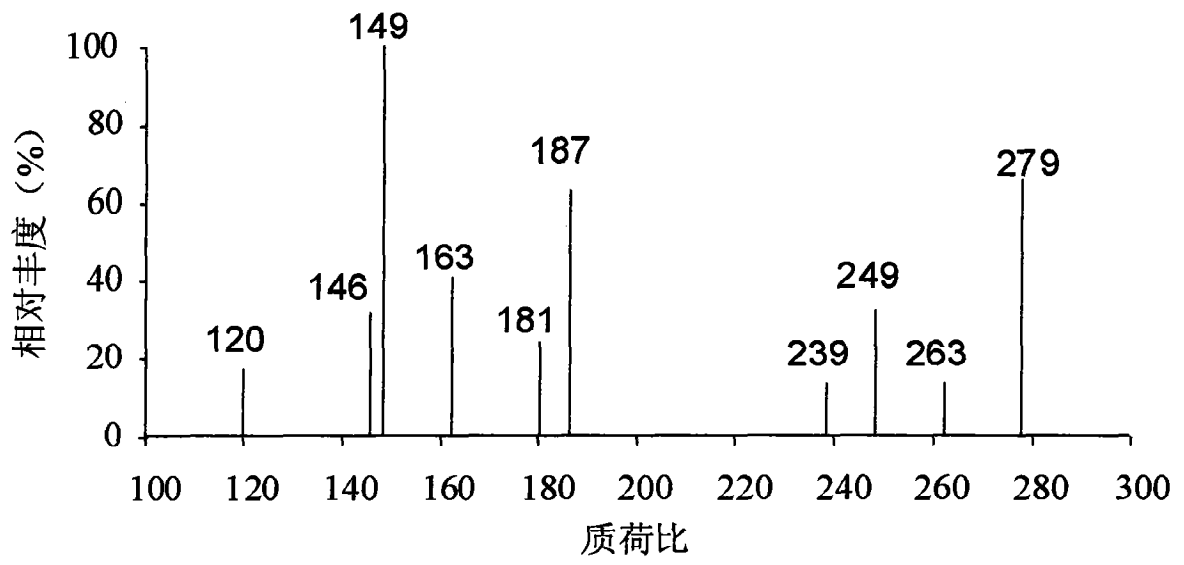


图 1