

超高效液相色谱法同时测定洋常春藤中 8种成分含量

倪力军¹, 文丹瑶¹, 胡甜甜¹, 高丽丽², 胡江宁³,
金汉台³, 金志文³, 张立国^{1*}

(1. 华东理工大学 化学与分子工程学院, 上海 200237; 2. 中国医学科学院药物研究所, 北京 100050;
3. 浙江康恩贝中药有限公司, 浙江 丽水 323400)

摘要: 建立了同时测定洋常春藤中绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、常春藤皂苷 C、常春藤皂苷 D、常春藤皂苷 B 和 α -常春藤皂苷 8 种成分的超高效液相色谱法(UHPLC)。以 80% 甲醇为溶剂, 将药材粉末于 85 °C、料液比 1 : 100 条件下水浴回流 1 h, 制备供试品溶液; 采用 Agilent ZORBAX Eclipse Plus - C₁₈ (2.1 mm × 100 mm, 1.8 μ m) 色谱柱, 以乙腈 - 0.05% 磷酸溶液为流动相进行梯度洗脱。结果表明, 上述 8 种成分均获得良好的分离度; 仪器精密度、方法重复性的相对标准偏差(RSD)均小于 3.0%; 样品溶液在室温条件下 24 h 内稳定; 8 种成分在对应质量浓度范围内线性关系良好($r \geq 0.9995$), 检出限为 0.40 ~ 10.58 μ g · mL⁻¹, 定量下限为 1.31 ~ 34.61 μ g · mL⁻¹, 平均回收率为 97.3% ~ 108%, RSD($n=6$)为 0.51% ~ 3.2%。该方法适用于洋常春藤中上述 8 种化学成分的定量分析。

关键词: 洋常春藤; 超高效液相色谱(UHPLC); 常春藤皂苷; 有机酸; 黄酮类化合物

中图分类号: O657.7; TQ041 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2019)11-1369-06

Simultaneous Detection of 8 Components in *Hedera Helix* L. by Ultra High Performance Liquid Chromatography

NI Li-jun¹, WEN Dan-yao¹, HU Tian-tian¹, GAO Li-li², HU Jiang-ning³,
JIN Han-tai³, JIN Zhi-wen³, ZHANG Li-guo^{1*}

(1. School of Chemistry and Molecular Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China; 2. Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Science, Beijing 100050, China;
3. Zhejiang CONBA Chinese Medicine Co., LTD., Lishui 323400, China)

Abstract: A method of ultra high performance liquid chromatography(UHPLC) was developed for the simultaneous determination of eight components, i. e. chlorogenic acid, cryptochlorogenic acid, rutin, nicotiflorin, hederacoside C, hederacoside D, hederasaponin B and α -hederin in *Hedera helix* L. The dry leaves passed through 40 mesh sieve were put in 80% methanol with solid - liquid ratio of 1 : 100. The solution then was refluxed by water bath for 1 h at 85 °C to prepare the test solution. The chromatographic separation was performed on an Agilent ZORBAX Eclipse Plus - C₁₈ (2.1 mm × 100 mm, 1.8 μ m) column by gradient elution with acetonitrile and 0.05% phosphoric acid as mobile phases. Results indicated that the eight components in *Hedera helix* L. were well separated, and the relative standard deviations (RSD) of the method for precision and reproducibility were less than 3.0%. The eight components were found to be stable for 24 h in room temperature, and there existed good linear relationships for the analytes in corresponding mass concentration ranges with their correlation coefficients(r) not less than 0.9995. The limits of detection and the limits of quantitation were in the ranges of 0.40 - 10.58 μ g · mL⁻¹ and 1.31 - 34.61 μ g · mL⁻¹, respectively. Average recoveries for the 8 components were between 97.3% and 108% with RSD($n=6$) of 0.51% - 3.2%. Therefore, this method could be applied in the quantitative analysis of the 8 components in *Hedera*

收稿日期: 2019-06-19; 修回日期: 2019-07-20

基金项目: 国家科技重大专项重大新药创制项目(2018ZX09721003)

* 通讯作者: 张立国, 博士, 副教授, 研究方向: 天然产物的分离纯化与中药新药研发, E-mail: zlgfyt@163.com

helix L. .

Key words: *Hedera helix* L. ; ultra high performance liquid chromatography (UHPLC); ivy saponins; organic acids; flavonoids

洋常春藤(*Hedera helix* L.)为五加科常春藤属常绿藤本植物,原产于欧洲,现于世界范围内广泛种植^[1]。洋常春藤在欧美等地作为一种药用植物,已被广泛应用于咳嗽、哮喘和支气管炎等呼吸道疾病的治疗^[2-4],而在我国药用研究很少。洋常春藤中除了含有研究最多的三萜皂苷类物质^[5-6],还含有黄酮类、聚乙炔、有机酸类、花色苷类、香豆素类、固醇类生物碱、挥发油、维他命等化合物^[5-7]。深入研究洋常春藤的化学成分及生理活性,对于开发其药用价值具有重要的经济意义和社会效益。

药理研究表明,常春藤皂苷是洋常春藤止咳化痰和抗炎的主要活性成分^[8-9],黄酮类和有机酸类化合物亦具有抗炎等药效^[10]。化学成分分析是对洋常春藤进行药学研究的首要条件。目前,洋常春藤化学成分的定量分析主要采用高效液相色谱法(HPLC),例如文献[11-13]建立了测定洋常春藤中皂苷类物质的 HPLC 方法;文献[14]建立了测定绿原酸、芦丁、烟花苷、常春藤皂苷 C、常春藤皂苷 D 和 α -常春藤皂苷 6 种成分的 HPLC 方法;文献[15]建立了测定绿原酸、芦丁、白头翁皂苷 B4、常春藤皂苷 C、常春藤皂苷 D、川续断皂苷乙、常春藤皂苷 B 和 α -常春藤皂苷 8 种成分的 HPLC 方法,但上述方法的分析时长均在 60 min 以上。超高效液相色谱法(UHPLC)由于具有检测时间短、溶剂用量少、高效、环保等优点而被广泛应用。为最大程度地保留药材中的化学成分,并进行更全面、快速的成分分析,本文采用 UHPLC 法在 27 min 内对洋常春藤中的绿原酸和隐绿原酸 2 种有机酸,芦丁、烟花苷 2 种黄酮类化合物以及常春藤皂苷 C(HDC)、常春藤皂苷 D(HDD)、常春藤皂苷 B(HDB)和 α -常春藤皂苷(α -H)4 种主要皂苷成分进行同时定量分析,可为洋常春藤的药学研究提供支持。

1 实验部分

1.1 仪器与设备

Thermo UltiMate 3000 高效液相色谱仪(Thermo Fisher Scientific 有限公司); ML104/02 电子分析天平(Mettler Toledo 有限公司); M2P 百万分之一电子天平(Sartorius 仪器系统有限公司); DS-3510 DTH 超声波清洗器(上海生析超声仪器有限公司); UPK-1-10T 去离子水机(四川优普超纯科技有限公司); Milli-Q 超纯水机(美国 Millipore 公司); FW177 中药粉碎机(天津泰斯特仪器公司); DHG-9070A 电热鼓风干燥箱、HWS-28 电热恒温水浴锅(上海一恒科学仪器有限公司)。

1.2 试剂与材料

乙腈、甲醇(色谱纯,德国 Merck 公司);无水甲醇、无水乙醇(分析纯,上海泰坦科技有限公司);磷酸(优级纯,上海麦克林生化科技有限公司);甲酸(98%,上海凌峰化学试剂有限公司);超纯水为实验室自制。

对照品:绿原酸(批号:LYS2018041902)、芦丁(批号:LD20171106)、烟花苷(批号:SNITG20180523)、常春藤皂苷 D(批号:CHGD20170820)、常春藤皂苷 B(批号:CCTB20170222)均购于南京春秋生物工程有限公司;隐绿原酸(批号:Y-0670180425,上海柏卡化学技术有限公司);常春藤皂苷 C(批号:BCBR3338V, Sigma-Aldrich 公司); α -常春藤皂苷(批号:352-20170901,中国食品药品检定研究院)。对照品纯度均 $\geq 98\%$ 。

以洋常春藤干燥叶为研究对象,鲜叶采摘于浙江杭州和江苏沐阳,分别于不同温度下烘干至恒重,由浙江康恩贝中药有限公司提供。样品经中国中医科学院中药研究所陈士林教授鉴定为五加科常春藤属常春藤 *Hedera helix* L.。

1.3 实验方法

1.3.1 对照品溶液的配制 精密称取 8 种待测物对照品,以 80% 甲醇溶解,配成绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、HDC、HDD、HDB 和 α -H 质量浓度分别为 0.108 1、0.105 0、0.118 4、0.109 3、1.032 2、1.023 3、0.948 4、1.062 5 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的混合对照品溶液。

1.3.2 供试品溶液的制备 供试品溶液:称取干燥药材粉末(过 40 目筛)约 0.5 g,以料液比 1:100 加入 80% 甲醇,置于 85 $^{\circ}\text{C}$ 水浴回流 1 h,放冷,以 80% 甲醇补足失重,过 0.22 μm 有机相滤膜,取续

滤液即得。

阴性供试品溶液:按照上述方法制备不含待测物的阴性供试品溶液。

1.3.3 色谱条件 色谱柱:Agilent ZORBAX Eclipse Plus - C₁₈ (2.1 mm × 100 mm, 1.8 μm); 检测波长:205 nm; 柱温:25 °C; 流速:0.3 mL · min⁻¹; 进样量:2 μL; 流动相:A为0.05%磷酸溶液,B为乙腈; 梯度洗脱方式:0~3 min, 5%~16% B; 3~8 min, 16%~19% B; 8~9 min, 19%~28% B; 9~13 min, 28%~31% B; 13~14 min, 31%~53% B; 14~17 min, 53%~65% B; 17~17.1 min, 65%~5% B; 17.1~27 min, 5% B。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的优化

2.1.1 流动相的组成 考察了甲醇-水、乙腈-水、乙腈-0.05%磷酸溶液和乙腈-0.05%甲酸溶液等流动相体系的分离效果。结果表明,由于本实验采用紫外检测器,而甲醇的截止波长在205 nm左右,有机相使用甲醇会对测定影响较大,且系统压力较高,对仪器及色谱柱损伤较大;采用乙腈在相同的流速和比例下系统压力较小,且在短波长处乙腈的吸收小,不干扰目标物质测定,此外乙腈的洗脱能力较强,有利于目标物质的分离,因此有机相选用乙腈。

进一步研究发现,以乙腈-水为流动相时,绿原酸和隐绿原酸不出峰(图1A);以乙腈-0.05%甲酸溶液为流动相时,基线漂移较为严重(图1B);而以乙腈-0.05%磷酸溶液为流动相时8种目标物质均出峰(图1C),同时解决了基线漂移问题,因此采用乙腈-0.05%磷酸溶液为流动相。

2.1.2 梯度条件的优化 洋常春藤中的有机酸、黄酮类和皂苷类成分的极性差别较大,故采用梯度洗脱程序。其中,绿原酸和隐绿原酸为同分异构体,两者极性相近较难分离,有机相比例约在16%~18%时洗脱完全;芦丁和烟花苷的极性相近较难分离,有机相比例约在28%~30%时洗脱完全;HDC和HDD的极性相近较难分离,有机相比例约在35%~38%时洗脱完全;HDB和α-H约在有机相比例为60%时洗脱完全。为使8种化学成分均能出峰,且极性相近物质的分离度达到要求和缩短测定时间,确定最佳梯度条件如“1.3.3”所示。

2.1.3 检测波长的选择 采用紫外可见分光光度法在200~400 nm对8种成分的对照品溶液进行全波长扫描,结果显示绿原酸和隐绿原酸的最大吸收波长约为219 nm,芦丁和烟花苷的最大吸收波长约为214 nm,HDC、HDD、HDB和α-H的最大吸收波长分别约为205、203、207、209 nm。由于皂苷类物质仅在低波长下有紫外吸收,为使所有物质均能出峰,本文选择低波长进行检测。

采用二极管阵列检测器对样品在190~800 nm波长进行紫外全波长扫描,结果显示洋常春藤中的皂苷类物质在205 nm处有较强吸收,高波长处无紫外吸收。为检测到更多的色谱峰,并使各主要成分

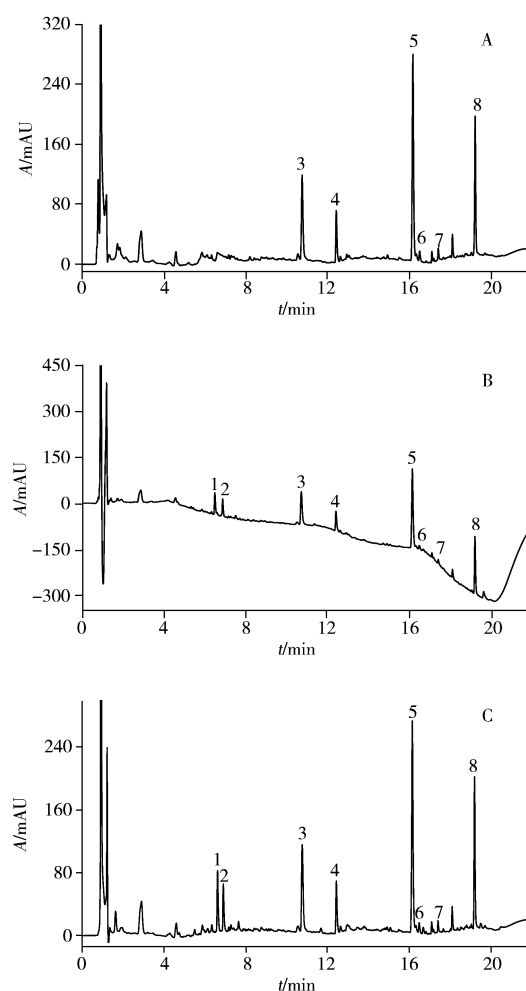


图1 不同流动相时的UHPLC色谱图

Fig. 1 UHPLC chromatograms with different mobile phases
A. acetonitrile - water, B. acetonitrile - 0.05% formic acid,
C. acetonitrile - 0.05% phosphoric acid; peaks: 1. chlorogenic acid, 2. cryptochlorogenic acid, 3. rutin, 4. nicotiflorin, 5. HDC, 6. HDD, 7. HDB, 8. α-H

的色谱峰响应最高, 最终选择最佳检测波长为 205 nm。

2.2 方法学考察

2.2.1 系统适应性及方法专属性 分别精密吸取“1.3.1”和“1.3.2”中的混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照品溶液各 2 μL , 按“1.3.3”色谱条件进样分析。结果显示: 供试品溶液中 8 种化学成分的色谱峰与混合对照品中各色谱峰的保留时间相对应(图 2), 阴性样品在相应位置处未出峰, 表明提取溶剂和提取方式对 8 种化学成分的测定无干扰, 方法专属性良好。各化学成分间的分离度均在 1.5 以上, 峰形对称, 拖尾因子均在 1.5 以下, 理论塔板数均不低于 40 000(见表 1)。

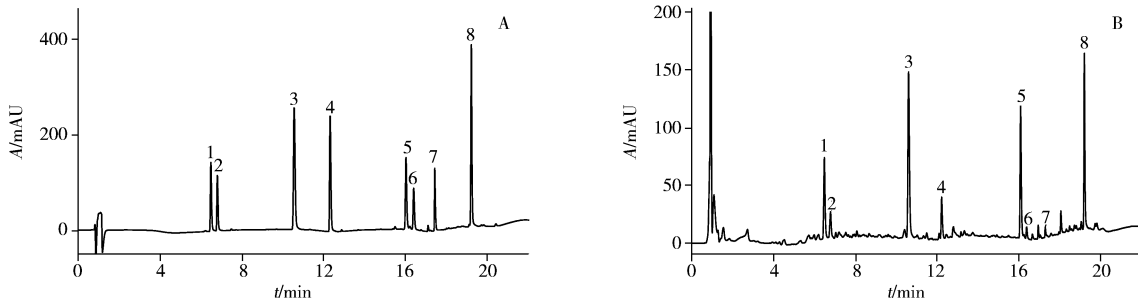


图 2 混合对照品溶液(A)和供试品溶液(B)的 UHPLC 图

Fig. 2 UHPLC chromatograms of mixed reference solution(A) and sample solution(B)

peaks: 1. chlorogenic acid, 2. cryptochlorogenic acid, 3. rutin, 4. nicotiflorin, 5. HDC, 6. HDD, 7. HDB, 8. $\alpha\text{-H}$

表 1 洋常春藤中 8 种成分的线性关系、理论塔板数及分离度

Table 1 Linear relationships, theoretical plate numbers and resolutions of eight compounds in *Hedera helix* L.

Analyte	Regression equation	Correlation coefficient(r)	Linear range ($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)	Theoretical plate number	Resolution
Chlorogenic acid(绿原酸)	$y = 192.238 6x - 0.376 8$	0.999 7	0.005 1 ~ 0.108 1	46 891	2.45
Cryptochlorogenic acid(隐绿原酸)	$y = 157.375 7x - 0.373 6$	0.999 5	0.005 2 ~ 0.105 0	48 279	24.04
Rutin(芦丁)	$y = 426.169 2x + 0.128 9$	0.999 9	0.004 8 ~ 0.118 4	103 784	7.05
Nicotiflorin(烟花苷)	$y = 344.104 2x - 0.078 0$	0.999 6	0.004 8 ~ 0.109 3	227 530	4.30
HDC(常春藤皂苷 C)	$y = 23.389 5x + 0.165 6$	0.999 9	0.041 9 ~ 1.032 2	392 694	3.02
HDD(常春藤皂苷 D)	$y = 23.081 2x - 0.180 0$	0.999 8	0.045 0 ~ 1.023 3	475 412	6.73
HDB(常春藤皂苷 B)	$y = 24.757 9x + 0.067 3$	0.999 8	0.039 5 ~ 0.948 4	857 045	4.65
$\alpha\text{-H}$ (α -常春藤皂苷)	$y = 45.269 6x + 0.138 4$	0.999 8	0.043 8 ~ 1.062 5	897 238	2.06

2.2.2 线性关系 取“1.3.1”中混合对照品溶液, 分别稀释 2、5、10、25 倍, 按“1.3.3”色谱条件进样分析, 以峰面积($\text{mAU} \cdot \text{min}$)为纵坐标(y), 对照品的质量浓度为横坐标(x , $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)进行线性回归。由表 1 可知, 各成分在相应质量浓度范围内均呈良好的线性关系, 相关系数 $r \geq 0.999 5$, 符合分析要求^[16]。

2.2.3 检出限与定量下限 取“1.3.1”中配制的混合对照品溶液, 逐级稀释, 按“1.3.3”进样分析, 分别以信噪比(S/N)为 3 和 10 时对应的质量浓度作为检出限及定量下限, 测得绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、HDC、HDD、HDB 和 $\alpha\text{-H}$ 的检出限分别为 0.42、0.67、0.40、0.60、2.62、7.29、10.58、8.76 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 定量下限分别为 1.45、2.24、1.31、2.00、8.38、23.25、34.61、29.20 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.2.4 精密度实验 称取 1 份洋常春藤干燥叶粉末(批号 HZ170402)约 0.5 g, 按“1.3.2”方法制备供试品溶液, 按“1.3.3”色谱条件重复进样测定 6 次。结果显示, 绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、HDC、HDD、HDB 和 $\alpha\text{-H}$ 峰面积的相对标准偏差(RSD)分别为 0.61%、0.67%、0.64%、0.68%、0.61%、0.57%、0.59%、0.63%, 表明仪器精密度良好, 符合分析要求^[16]。

2.2.5 重复性实验 平行称取 6 份洋常春藤干燥叶粉末(批号 HZ170402)各约 0.5 g, 按“1.3.2”方法制备成 6 份供试品溶液, 按“1.3.3”色谱条件进样分析。结果显示, 绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、HDC、HDD、HDB 和 $\alpha\text{-H}$ 峰面积的 RSD 分别为 1.9%、1.4%、1.7%、1.1%、0.64%、0.78%、0.59%、1.3%, 表明方法重复性良好, 符合分析要求^[16]。

2.2.6 稳定性实验 称取1份洋常春藤干燥叶粉末(批号 HZ170402)约0.5 g, 按“1.3.2”方法制备供试品溶液, 分别在0、4、8、12、24 h按“1.3.3”色谱条件进样分析。结果显示, 绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、HDC、HDD、HDB和 α -H峰面积的RSD分别为0.22%、0.55%、0.30%、0.25%、0.39%、0.67%、0.38%、0.29%, 表明样品溶液中各化学成分在室温条件下24 h内稳定性良好, 符合分析要求^[16]。

2.2.7 加标回收率实验 取已知含量的供试品溶液(药材批号: HZ180801)6份, 分别加入一定量的对照品, 使绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、HDC、HDD、HDB、 α -H的加标水平分别为0.013 5、0.013 7、0.014 6、0.008 7、0.103 9、0.018 4、0.019 2、0.101 4 mg, 按“1.3.3”色谱条件进样分析。测得上述成分的平均加标回收率分别为106%、102%、106%、106%、100%、97.3%、108%、101%, RSD分别为2.2%、2.8%、0.81%、0.51%、3.2%、0.91%、1.6%、2.4%。供试品溶液中除HDC和 α -H外, 其它6种组分的含量均小于1%, 平均回收率均符合相应要求^[16], 表明该方法的准确度良好。

2.3 样品的测定

取10批洋常春藤干燥叶, 按“1.3.2”方法制备成供试品溶液, 按“1.3.3”条件进行测定, 结果见表2。结果表明, 8种成分在不同批次洋常春藤中的含量存在较大差异, 其中HDC和 α -H的含量相对较高, 说明药材产地、采摘期和炮制温度均会对其含量产生影响。

表2 不同批次洋常春藤干燥叶中8种成分的含量
Table 2 Contents of eight compounds in *Hedera helix* L. leaves in different batches

Batch No.	Habitat	Picking time	Drying temperature (°C)	Content (%)							
				Chlorogenic acid	Cryptochlorogenic acid	Rutin	Nicotiflorin	HDC	HDD	HDB	α -H
HZ171201	Hangzhou	2017.12	105	0.324 3	0.211 5	0.414 1	0.150 7	5.869 1	0.508 9	0.378 2	3.129 1
HZ171202	Hangzhou	2017.12	70	1.046 6	0.211 1	0.721 0	0.190 2	7.855 0	0.604 5	0.458 1	1.883 1
HZ171203	Hangzhou	2017.12	50	1.359 0	0.192 6	0.683 5	0.159 6	7.876 7	0.570 7	0.411 1	0.830 2
SY171101	Shuyang	2017.11	105	0.109 2	0.207 5	0.060 6	0.040 7	3.971 6	0.290 8	0.197 5	3.041 5
SY171102	Shuyang	2017.11	70	0.364 9	0.208 9	0.165 9	0.064 0	5.254 9	0.360 9	0.228 9	2.413 0
HZ180801	Hangzhou	2018.08	105	0.254 5	0.251 5	0.215 7	0.126 2	5.994 0	0.350 9	0.275 3	3.546 7
HZ180802	Hangzhou	2018.08	70	0.201 7	0.201 7	0.199 7	0.134 8	4.315 1	0.251 6	0.203 7	4.564 7
HZ180803	Hangzhou	2018.08	50	0.906 1	0.277 1	0.382 8	0.196 4	11.879 0	0.556 2	0.276 1	0.558 2
SY180801	Shuyang	2018.08	105	0.131 9	0.163 6	0.036 7	0.013 9	2.976 4	0.321 2	0.150 7	2.158 4
SY180802	Shuyang	2018.08	70	0.081 4	0.160 8	0.043 7	0.016 9	1.358 7	0.198 5	0.086 3	3.408 1

3 结 论

本文建立了同时测定洋常春藤中绿原酸、隐绿原酸、芦丁、烟花苷、常春藤皂苷C、常春藤皂苷D、常春藤皂苷B和 α -常春藤皂苷含量的UHPLC方法。结果表明, 该方法准确度高、重复性好, 可用于洋常春藤中主要化学成分的快速定量分析, 亦可用于洋常春藤提取物及制剂的含量分析, 为建立洋常春藤药材、提取物及制剂的质量标准提供了依据。

参考文献:

- [1] Sternberg T, Viles H, Cathersides A, Edwards M. *Sci. Total Environ.*, **2010**, 409(1): 162–168.
- [2] Süleyman H, Mshvildadze V, Gepdiremen A, Elias R. *Phytomedicine*, **2003**, 10: 370–374.
- [3] Kim S Y, Son K H, Chang H W, Kang S S, Kim H P. *Arch. Pharm. Res.*, **1999**, 22(3): 313–316.
- [4] Khadair A, Mohammad K M, Tawaha K, Al-Hamarsheh E, AlKhatib H S, Al-khalidi B, Bustanji Y, Najjar S, Hudaib M. *Int. J. Anal. Chem.*, **2010**, 2010: 1–5.
- [5] Landgrebe H, Matusch R, Marburg, Runkel F, Hecker M, Main F. *Pharm. Zeitung*, **1999**, 45(5): 11–15.
- [6] Liu P, Yu H S, Zhang L J, Song X B, Kang L P, Liu J Y, Zhang J, Cao M, Yu K, Kang T G, Ma B P. *Chin. J. Nat. Med.*, **2015**, 13(6): 471–480.
- [7] Lutsenko Y, Bylka W, Matławska I, Darmohray R. *Herba Polonica*, **2010**, 56(1): 81–93.

(续表 3)

Concentration(true value)	No magnet		Magnet(800 mT)	
	Prediction value	Error	Prediction value	Error
1 901. 5	1 880. 51	-20. 99	1 916. 12	14. 62
1 983. 3	1 916. 76	-66. 54	1 982. 20	-1. 10

3 结 论

磁场作用于葡萄糖溶液, 葡萄糖分子的近红外吸收强度明显提高, 其羟基与水分子间的氢键缔合得到加强, 分子特征吸收峰吸光度与浓度变化线性关系一致性得到极大的改善, 并且随磁场强度增强到一定程度后达到饱和。本研究有助于提高葡萄糖分子近红外光谱吸收强度及测量精度。参考文献:

- [1] International Diabetes Federation. *IDF Diabetes Atlas*. 8th Edition. Brussels; International Diabetes Federation, **2017**.
- [2] Chu X L, Shi Y Y, Chen P, Li J Y, Xu Y P. *J. Instrum. Anal.* (褚小立, 史云颖, 陈瀑, 李敬岩, 许育鹏. 分析测试学报), **2019**, 38(5): 603-611.
- [3] Vashist S K. *Diagnostics*, **2013**, 3(4): 385-412.
- [4] Lan Y T, Kuang Y P, Zhou L P, Wu G Y. *Laser Phys. Lett.*, **2017**, 14(3): 035603.
- [5] Hu Y X, Liu R, Zhang W, Xu K X. *Spectrosc. Spectral Anal.* (胡永翔, 刘蓉, 张雯, 徐可欣. 光谱学与光谱分析), **2017**, 37(2): 491-496.
- [6] Frederick C, Tyrone F. *Closed-loop Control of Blood Glucose*. Berlin: Springer-Verlag, **2007**: 16-18.
- [7] Kim Y J, Yoon G. *J. Biomed. Opt.*, **2006**, 11(4): 041128.
- [8] Pai P P, Sanki P K, Sahoo S K, De A, Bhattacharya S, Banerjee S. *IEEE TCAS-I*, **2018**, 65(2): 663-676.
- [9] Xue J T, Ye L M, Li C Y, Zhang M X, Li P. *Optik*, **2018**, 170: 30-36.
- [10] Pozhar K V. *Biomed. Eng.*, **2018**, 52(4): 247-250.
- [11] Beganović A, Beć K B, Henn R, Huck C W. *Spectrochim. Acta A*, **2018**, 197: 208-215.
- [12] Deng B, Pang X F. *Laser Infrared*(邓波, 庞小峰. 激光与红外), **2008**, 38(2): 141-144.
- [13] Chang K T, Weng C I. *Appl. Phys.*, **2006**, 100(4): 043917.
- [14] Li G, Yan Y J, Han S G, Pang X F. *Laser Infrared*(李滚, 严雅静, 韩曙光, 庞小峰. 激光与红外), **2012**, 42: 894.
- [15] Teng Y X, Ban C Y, Cui J Z. *Highpolym. Mater. Sci. Eng.*(滕莹雪, 班春燕, 崔建忠. 高分子材料科学与工程), **2009**, 25(11): 93-96.
- [16] Pang X F, Deng B. *Physia B*, **2008**, 403: 3571-3577.

(责任编辑: 盛文彦)

(上接第 1373 页)

- [8] Greunke C, Hage-Hülsmann A, Sorkalla T, Keksel N, Haberlein F, Haberlein H. *Pulmonary Pharmacology & Therapeutics*, **2015**, 31: 92-98.
- [9] Gepdiremen A, Mshvildadze V, Süleyman H, Elias R. *Phytomedicine*, **2005**, 12(7): 440-444.
- [10] Gepdiremen A, Mshvildadze V, Süleyman H, Elias R. *J. Ethnopharmacol.*, **2004**, 94(1): 191-195.
- [11] Crespín F, Calmes M, Elias R, Maillard C, Balansard G. *Chromatographia*, **1994**, (38): 183-186.
- [12] Demirci B, Goppel M, Demirci F, Franz G. *Pharmazie*, **2004**, 59: 770-774.
- [13] Sun H P, Ruan Q M, Cao X J, Li J Y, Zhong X H. *Chin. Tradit. Herbal Drugs*(孙化鹏, 阮琴妹, 曹雄军, 李佳银, 钟晓红. 中草药), **2016**, 47(16): 2916-2920.
- [14] Yu M, Shin Y J, Kim N, Yoo G, Park S J, Kim S H. *J. Chromatogr. Sci.*, **2015**, 53(4): 478-483.
- [15] Liu J X, Chen M M, Yang X Y, Zhang X, Zhao Y L, Yu M, Yu Z G. *J. Shenyang Pharm. Univ.*(刘家鑫, 陈明明, 杨雪艳, 张欣, 赵云丽, 于淼, 于治国. 沈阳药科大学学报), **2017**, 34(11): 979-986.
- [16] Pharmacopoeia Commission of China. *Pharmacopoeia of the People's Republic of China(3rd vol)*. Beijing: China Medical Science Press(中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典. 第三部. 北京: 中国医药科技出版社), **2015**: 213-216.

(责任编辑: 丁 岩)