

[质 量]

一测多评法同时测定玉液消渴颗粒中 8 种成分

陆林杰¹, 姜洪旭¹, 潘 科²
(1. 黔南州人民医院药剂科, 贵州 都匀 558000; 2. 黔南州人民医院消化内科, 贵州 都匀 558000)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定玉液消渴颗粒(黄芪、山药、葛根等)中 3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素 I 的含有量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Kromasil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 以甲醇-乙腈(1:1)与 0.4% 冰醋酸为流动相, 梯度洗脱; 体积流量 0.9 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长分别为 210、250、254、274 nm。以黄芪甲苷为内标, 计算其他 7 种成分的相对校正因子, 测定其含有量。**结果** 8 种成分在各自范围内线性关系良好($r>0.999\ 0$), 平均加样回收率 97.06%~99.95%, RSD 0.54%~1.44%, 一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法稳定可靠, 可用于玉液消渴颗粒的质量控制。

关键词: 玉液消渴颗粒; 化学成分; 一测多评
中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2018)06-1302-06
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2018.06.015

Simultaneous determination of eight constituents in Yuye Xiaoke Granules by QAMS

LU Lin-jie¹, JIANG Hong-xu¹, PAN Ke²
(1. Department of Pharmacy, The People's Hospital of Qiannan, Duyun 558000, China; 2. Department of Gastroenterology, The People's Hospital of Qiannan, Duyun 558000, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of 3'-hydroxy puerarin, puerarin, 3'-methoxy puerarin, neomangiferin, mangiferin, calycosin-7-O-β-D-glucoside, astragaloside IV and batatasin I in Yuye Xiaoke Granules (*Astragali Radix*, *Dioscoreae Rhizoma*, *Puerariae lobatae Radix*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 30℃ thermostatic Kromasil C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of methanol-acetonitrile (1:1) and 0.4% glacial acetic acid flowing at 0.9 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 210, 250, 254, 274 nm. With astragaloside IV as an internal standard, the relative correction factors of the other seven constituents were calculated, after which the content determination was made. **RESULTS** Eight constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r>0.999\ 0$), whose average recoveries were 97.06%–99.95% with the RSDs of 0.54%–1.44%. The results obtained by QAMS approximated those obtained by external standard method. **CONCLUSION** This stable and reliable method can be used for the quality control of Yuye Xiaoke Granules.

KEY WORDS: Yuye Xiaoke Granules; chemical constituents; quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS)

收稿日期: 2017-09-05
基金项目: 黔南州科技局项目(黔南科合社字[2012]13)
作者简介: 陆林杰(1965—), 男(布依族), 副主任药师, 从事药品质量控制等医院药学研究工作。Tel: 13017023628, E-mail: lulinjie750@163.com
* 通信作者: 姜洪旭(1983—), 男(蒙古族), 硕士, 主管药师, 从事中药制剂质量标准研究工作。Tel: 18798000278, E-mail: 541492284@qq.com

玉液消渴颗粒具有益气滋阴的功效,临床主要用于糖尿病消渴乏力、口渴多饮、多尿症等症状的治疗,其质量标准源于《卫生部颁药品标准(中药成方制剂)》第5册^[1],但未对方中任何成分进行定量测定。张书苓^[2]等采用HPLC法测定黄芪甲苷含量,而王艳^[3]、王立兴^[4]等采用相同方法测定葛根素含量,但尚无对该制剂多成分含量同时测定的报道。面对中成药复方制剂复杂的化学成分,单一成分定量测定难以全面控制其质量和疗效的一致性,多指标成分综合控制模式已成为相关质量评价的发展趋势。

一测多评法通过测定其中1个易制备、性质稳定的成分,从而实现多个待测成分的同时测定,可有效解决多指标成分同时测定时对照品需求量大、检验成本高的弊端^[5-8]。为了全面有效控制玉液消渴颗粒的质量,本实验以葛根代表性成分3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素,知母代表性成分新芒果苷、芒果苷,黄芪代表性成分毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷,山药的代表性成分山药素I为指标,黄芪甲苷为内标物,建立一测多评法同时测定该制剂中8种成分的含有量。

1 仪器与材料

Agilent 1200型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司);AL204型电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司);KQ2200型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。玉液消渴颗粒(每袋装15g,批号161203、161204、170203)来源于茂祥集团吉林制药有限公司。葛根素(110752-201615)、芒果苷(111607-201503)、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷(111920-201606)、黄芪甲苷(110781-201616)来源于中国食品药品检定研究院;3'-羟基葛根素(117076-54-5)、3'-甲氧基葛根素(117047-07-1)、新芒果苷(64809-67-2)来源于上海纯优生物科技有限公司;山药素I对照品(51415-00-0)来源于湖北广奥生物科技有限公司。甲醇、乙腈为色谱纯;其他试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 方法学考察

2.1.1 色谱条件 Kromasil C₁₈色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相A为甲醇-乙腈(1:1),B为0.4%冰醋酸溶液,梯度洗脱^[9](0~13 min, 18.0% A; 13~22 min, 18.0% → 27.0% A; 22~32 min, 27.0% → 34.0% A; 32~44 min, 34.0% → 48.0% A; 44~49 min, 48.0% → 60.0% A; 49~

55 min, 60.0% → 18.0% A); 0~22 min时在250 nm^[10-11]波长下检测3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素, 22~37 min在254 nm^[12-13]波长下检测新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷, 37~44 min在210 nm^[14]波长下检测黄芪甲苷, 44~55 min在274 nm^[15-16]波长下检测山药素I; 体积流量0.9 mL/min; 柱温30℃; 进样量10 μL。

2.1.2 对照品溶液制备 精密称取3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素I对照品适量,甲醇分别制成每1 mL含0.518、1.710、0.812、0.674、2.138、0.390、0.432、0.476 mg的贮备液,依次精密5.0、5.0、5.0、5.0、5.0、2.0、5.0、2.5 mL,置于同一100 mL量瓶中,甲醇稀释至刻度,分别制成含25.9、85.5、40.6、33.7、106.9、7.80、21.6、11.9 μg/mL上述成分的对照品溶液。

2.1.3 供试品溶液制备 取颗粒适量,研细,精密称取约4.0 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50 mL,称重,超声提取30 min,擦干外壁,放冷,甲醇补足减失的质量,摇匀,过滤,取续滤液,即得。

2.1.4 阴性样品溶液制备 按颗粒质量标准项下的处方和制备工艺,分别制备不含葛根、知母、黄芪、山药的阴性样品,按“2.1.3”项下方法制备溶液,即得。

2.1.5 系统适用性与专属性试验 精密吸取“2.1.2”~“2.1.4”项下溶液适量,在“2.1.1”项色谱条件下进样分析,结果见图1。由图可知,各成分与其相邻色谱峰均能达到有效分离,分离度均大于1.5,理论塔板数以所测各成分色谱峰计,均大于4 000,阴性无干扰。

2.1.6 线性关系考察 精密吸取“2.1.2”项下对照品溶液5.0 mL,置于同一50 mL量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,作为混标溶液I,精密吸取适量,甲醇稀释2、5、10、15、20倍,作为混标溶液II、III、IV、V、VI,在“2.1.1”项色谱条件下进样测定。以成分质量浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)进行回归,结果见表1,可知各成分在各自范围内线性关系良好。

2.1.7 精密度试验 取“2.1.2”项下对照品溶液,在“2.1.1”项色谱条件下进样测定,测得3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素I峰面积RSD分别为0.81%、

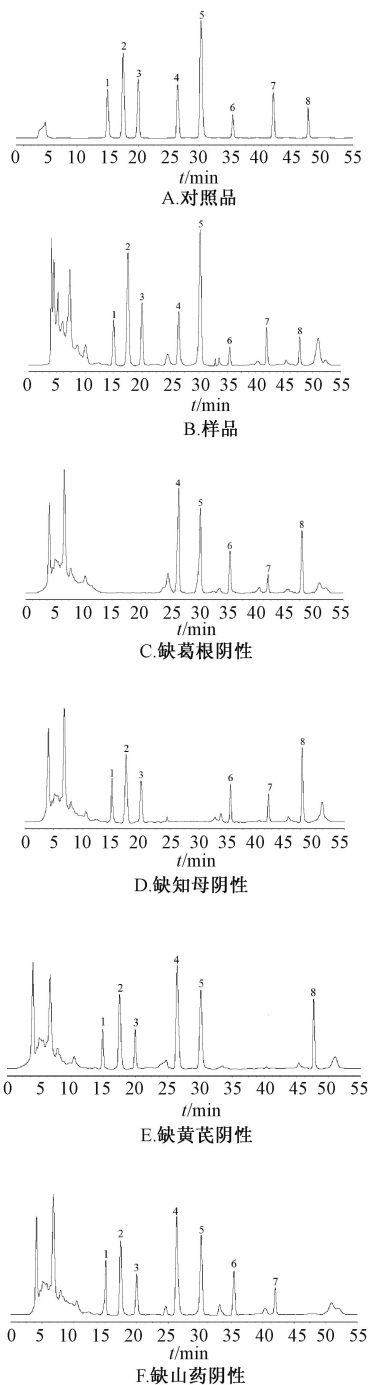


图1 各成分HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

1. 3'-羟基葛根素 2. 葛根素 3. 3'-甲氧基葛根素 4. 新芒果苷
5. 芒果苷 6. 毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷 7. 黄芪甲苷
8. 山药素 I

1. 3'-hydroxy puerarin 2. puerarin 3. 3'-methoxy puerarin 4. neo-mangiferin 5. mangiferin 6. calycosin-7-O-β-D-glucoside 7. astragaloside IV 8. batatasin I

0.62%、1.13%、1.19%、0.57%、1.37%、1.24%、1.33%，表明仪器精密度良好。

2.1.8 重复性试验 取同一批颗粒6份，按1304

“2.1.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，测得3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素 I 含有量 RSD 分别为 1.42%、1.14%、0.36%、1.50%、1.29%、0.81%、1.62%、0.74%，表明该方法重复性良好。

2.1.9 稳定性试验 取同一份供试品溶液，于室温下0、2、4、6、10、16 h 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，测得3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素 I 峰面积 RSD 分别为 1.20%、0.95%、1.09%、1.14%、0.66%、0.85%、1.34%、1.17%，表明溶液在16 h 内稳定性良好。

2.1.10 加样回收率试验 取含有量已知的颗粒（批号161203）适量，研细，精密称取6份，每份约2.0 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入0.613 mg/mL 3'-羟基葛根素对照品溶液1.0 mL、0.567 mg/mL 葛根素对照品溶液4.0 mL、0.511 mg/mL 3'-甲氧基葛根素对照品溶液2.0 mL、0.869 mg/mL新芒果苷对照品溶液1.0 mL、0.571 mg/mL 芒果苷对照品溶液5.0 mL、0.223 mg/mL 毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷对照品溶液1.0 mL、0.481 mg/mL 黄芪甲苷对照品溶液1.0 mL、0.349 mg/mL山药素 I 对照品溶液1.0 mL，按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定。结果，3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素 I 平均加样回收率分别为98.00%、99.24%、98.17%、97.24%、99.95%、97.06%、98.71%、97.65%，RSD 分别为1.44%、0.62%、1.11%、0.54%、1.01%、1.04%、1.20%、0.96%。

2.2 相对校正因子 ($f_{k/s}$) 计算 精密吸取“2.1.6”项下对照品溶液适量，在“2.1.1”项色谱条件下测定，以黄芪甲苷为内标物，计算其他7种成分的 $f_{k/s}$ ，结果见表2。

2.3 重复性试验 取“2.1.2”项下对照品溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，考察 Agilent 1200、Waters 2695、Kromasil C₁₈、Venusil MP C₁₈、Hypersil BDS C₁₈ 色谱柱对相对校正因子的影响，结果见表3。由表可知，不同仪器、色谱柱对各成分的相对校正因子均无显著影响。

表 1 各成分线性关系

Tab. 1 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	r
3'-羟基葛根素	$Y=8.692\ 3\times10^4X-757.7$	2.590~51.80	0.999 4
葛根素	$Y=1.308\ 3\times10^5X+671.9$	8.550~171.0	0.999 7
3'-甲氧基葛根素	$Y=9.999\ 7\times10^4X-268.8$	4.060~81.20	0.999 7
新芒果苷	$Y=7.995\ 7\times10^4X+644.2$	3.370~67.40	0.999 3
芒果苷	$Y=1.370\ 2\times10^5X-842.8$	10.69~213.8	0.999 8
毛蕊异黄酮-7- <i>O</i> - β -D-葡萄糖苷	$Y=6.905\ 9\times10^4X+319.6$	1.950~39.00	0.999 9
黄芪甲苷	$Y=9.475\ 2\times10^4X+850.0$	2.160~43.20	0.999 8
山药素 I	$Y=8.105\ 2\times10^4X-157.1$	2.380~47.60	0.999 5

表 2 各成分相对校正因子

Tab. 2 Relative correction factors of various constituents

混标溶液	相对校正因子						
	3'-羟基葛根素	葛根素	3'-甲氧基 葛根素	新芒果苷	芒果苷	毛蕊异黄酮-7- <i>O</i> - β - <i>D</i> -葡萄糖苷	山药素 I
VI	0.932 2	1.378 5	1.057 4	0.849 1	1.456 3	0.716 4	0.864 2
V	0.923 8	1.372 8	1.066 7	0.875 6	1.453 2	0.731 1	0.873 6
IV	0.918 8	1.382 5	1.046 5	0.851 5	1.435 5	0.724 8	0.854 5
III	0.917 7	1.386 3	1.038 8	0.828 3	1.439 7	0.729 4	0.851 7
II	0.902 2	1.371 6	1.075 7	0.838 1	1.453 1	0.733 3	0.846 2
I	0.924 6	1.383 7	1.048 0	0.849 8	1.443 4	0.726 3	0.860 7
平均值	0.919 9	1.379 2	1.055 5	0.848 7	1.446 9	0.726 9	0.858 5
RSD/%	1.10	0.44	1.31	1.87	0.59	0.83	1.14

表 3 各成分重复性试验结果

Tab. 3 Results of repeatability tests for various constituents

仪器	色谱柱	相对校正因子						
		3'-羟基葛根素	葛根素	3'-甲氧基 葛根素	新芒果苷	芒果苷	毛蕊异黄酮-7- <i>O</i> - β - <i>D</i> -葡萄糖苷	山药素 I
Agilent 1200	Kromasil C ₁₈	0.921 7	1.374 6	1.059 1	0.850 7	1.443 1	0.729 4	0.861 9
	Venusil MP C ₁₈	0.913 4	1.392 4	1.038 6	0.849 1	1.407 2	0.738 9	0.849 9
	Hypersil BDS C ₁₈	0.910 1	1.360 7	1.075 7	0.837 6	1.423 5	0.719 7	0.857 2
Waters 2695	Kromasil C ₁₈	0.937 5	1.387 1	1.078 3	0.850 4	1.470 7	0.711 8	0.843 8
	Venusil MP C ₁₈	0.911 8	1.398 4	1.052 9	0.843 7	1.438 9	0.718 6	0.851 6
	Hypersil BDS C ₁₈	0.913 6	1.368 3	1.032 8	0.839 9	1.459 6	0.730 8	0.863 5
	平均值	0.919 7	1.380 3	1.056 2	0.845 2	1.440 5	0.724 9	0.854 7
	RSD/%	1.12	1.07	1.77	0.67	1.61	1.36	0.89

2.4 待测成分色谱峰定位 采用相对保留值法，器、色谱柱条件下与内标物的相对保留值（ t ），结以黄芪甲苷为内标，考察其他 7 种成分在不同仪 果见表 4，可知各成分相对保留值无明显变化。

表 4 各成分相对保留值

Tab. 4 Relative retention values of various constituents

仪器	色谱柱	相对保留值						
		3'-羟基葛根素	葛根素	3'-甲氧基 葛根素	新芒果苷	芒果苷	毛蕊异黄酮-7- <i>O</i> - β - <i>D</i> -葡萄糖苷	山药素 I
Agilent 1200	Kromasil C ₁₈	0.358 4	0.418 8	0.476 2	0.631 4	0.721 4	0.845 0	1.138 8
	Venusil MP C ₁₈	0.360 7	0.421 5	0.477 9	0.635 2	0.726 2	0.851 1	1.146 7
	Hypersil BDS C ₁₈	0.359 2	0.418 3	0.476 5	0.632 1	0.723 8	0.846 4	1.142 3
Waters 2695	Kromasil C ₁₈	0.351 9	0.410 7	0.469 4	0.613 9	0.710 7	0.821 7	1.107 9
	Venusil MP C ₁₈	0.364 1	0.426 8	0.482 1	0.647 7	0.722 3	0.858 2	1.176 4
	Hypersil BDS C ₁₈	0.359 3	0.423 1	0.476 6	0.633 5	0.723 2	0.847 3	1.141 8
	平均值	0.358 9	0.419 9	0.476 4	0.632 3	0.721 3	0.844 9	1.142 3
	RSD/%	1.11	1.30	0.86	1.71	0.75	1.46	1.91

2.5 样品含有量测定 取 3 批颗粒（批号 161203、161204、170203），分别采用外标法和一测多评法测定含有量，结果见表 5。由表可知，2 种方法所得结果无显著差异，相对平均偏差（RAD）< 2%，表明相对校正因子可信度较高，方法稳定可靠。

表 5 各成分含有量测定结果（mg/g）

Tab. 5 Results of content determination of various constituents (mg/g)

批号	黄芪甲苷		3'-羟基葛根素		葛根素			3'-甲氧基葛根素		
	外标法	外标法	一测多评法	RAD/%	外标法	一测多评法	RAD/%	外标法	一测多评法	RAD/%
161203	0.241	0.307	0.311	0.65	1.131	1.147	0.70	0.515	0.522	0.68
161204	0.269	0.263	0.269	1.13	1.022	1.025	0.15	0.468	0.475	0.74
170203	0.218	0.330	0.323	1.07	1.186	1.178	0.34	0.559	0.561	0.18

批号	新芒果苷			芒果苷			毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷			山药素 I		
	外标法	一测多 评法	RAD/%	外标法	一测多 评法	RAD/%	外标法	一测多 评法	RAD/%	外标法	一测多 评法	RAD/%
161203	0.436	0.429	0.81	1.428	1.439	0.38	0.112	0.109	1.36	0.174	0.177	0.85
161204	0.492	0.503	1.11	1.474	1.517	1.44	0.125	0.127	0.79	0.150	0.148	0.67
170203	0.397	0.396	0.13	1.361	1.348	0.68	0.096	0.099	1.54	0.197	0.202	1.25

3 讨论

3.1 待测成分选择 玉液消渴颗粒由黄芪、葛根、山药、知母、天花粉、鸡内金、五味子、太子参 8 味药材加工而成，方中黄芪、山药补脾固肾、益气生津，为君药；知母、天花粉滋阴清热、润燥止渴，为臣药；佐以葛根清热生津止渴，鸡内金助脾健运，五味子补肾固精，太子参益气生津，共奏益气滋阴之效。黄芪^[17]主要有效成分为黄酮、皂苷类化合物，黄芪甲苷和毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷为其代表性成分；山药^[17]中的山药素 I 为其代表性成分；葛根^[17]主要有效成分为葛根素、3'-羟基葛根素、3'-甲氧基葛根素、大豆苷、大豆苷元等；知母^[17]主要含双苯吡酮、甾体皂苷、木脂素等，活性成分主要为新芒果苷、芒果苷、知母皂苷 AⅢ、知母皂苷 BⅡ等。因此，本实验选择 3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素 I 作为指标。

3.2 供试品溶液制备方法选择 本实验前期对提取溶剂（甲醇、50% 甲醇、乙醇）、制备方法（超声提取、加热回流提取）、提取时间（15、30、45 min）进行了考察，以各成分提取率为指标，确定最佳制备方法为甲醇超声提取 30 min。

4 结论

本实验首次采用一测多评法同时测定玉液消渴颗粒中 3'-羟基葛根素、葛根素、3'-甲氧基葛根素、新芒果苷、芒果苷、毛蕊异黄酮-7-O-β-D-葡萄糖苷、黄芪甲苷、山药素 I 的含有量，所建立的相对校正因子具有较好的可信度，检测方法简便准确，可有效地降低检验成本，为该制剂质量标准的

提高研究提供有力的数据支持。

参考文献：

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 卫生部颁药品标准（中药成方制剂第 5 册）[S]. 北京：人民卫生出版社，1991：40.

[2] 张书苓，王 玲. 玉液消渴颗粒的质量控制[J]. 药品检测，2003，12(8)：38-39.

[3] 王 艳，钟韶霞. 高效液相色谱法测定玉液消渴颗粒中葛根素的含量[J]. 解放军药学学报，2008，24（5）：453-455.

[4] 王立兴，陈庆伟，黄俊雄，等. 高效液相色谱法测定玉液消渴冲剂中葛根素的含量[J]. 海峡药学，2005，17(3)：42-44.

[5] 文乾映，龙 芳，杨 华，等. 中药质量控制中一测多评法的应用进展[J]. 中国药房，2014，25(23)：2185-2188.

[6] 逢 瑜，孙 磊，金红宇，等. 替代对照品法在中药多指标含量测定中的应用与技术要求探讨[J]. 药物分析杂志，2013，33(1)：169-177.

[7] 刘志辉，顾 玮，常星洁，等. “一测多评”法测定麦贞花颗粒中不同类型成分的含有量[J]. 中成药，2012，34（12）：2342-2347.

[8] 石 伟，王振中，倪付勇，等. 一测多评法在六味地黄软胶囊质量评价中的应用[J]. 中草药，2015，46（19）：2880-2886.

[9] 钟 可，王文全，靳风云，等. UPLC 法同时测定不同产地知母药材中新芒果苷和芒果苷的含量[J]. 中国药房，2013，24(15)：1386-1388.

[10] 章 军，薛翠娟，荆文光，等. HPLC 测定葛根饮片中 5 个成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志，2012，18(7)：108-111.

[11] 赵 路，关琴笑，路 丽，等. UHPLC 法同时测定不同产地葛根中 5 种活性成分的含量[J]. 中药材，2015，38（3）：473-475.

[12] 苏晓楠，季 德，周亚萍，等. HPLC-DAD-ELSD 同时测

定知母中黄酮和皂苷类成分的含量[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(1): 108-111.

[13] 付 娟, 杨世海, 黄林芳. 超高效液相色谱法同时测定黄
芪中 6 种黄酮类成分的含量[J]. 中国药学杂志, 2013,
48(11): 916-919.

[14] 宋成英, 封加福. HPLC 同时测定黄芪药材中毛蕊异黄酮
葡萄糖苷和黄芪甲苷[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013,
19(11): 115-117.

[15] 朱金花, 东莹莹, 胡卫平, 等. 高效液相色谱法同时测定

怀山药中 4 个山药素化合物[J]. 药物分析杂志, 2015,
35(3): 396-400.

[16] 张彭湃, 王松廷, 杨生玉, 等. 高效液相色谱法研究怀山
药啤酒中的山药素类成分[J]. 化学研究, 2016, 27(5):
603-608.

[17] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版一部
[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 28, 212-213,
302-303, 333.

一测多评法同时测定肉豆蔻-8 散中 5 种成分

贾文婷, 张媛彦, 郭 娜, 王玉华*
(内蒙古医科大学药学院, 内蒙古 呼和浩特 010110)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定肉豆蔻-8 散(肉豆蔻、木香、沉香等)中 5 种成分的含有量。**方法** 用 75% 甲醇提取该药物, 方法为采用 Apollo C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相甲醇-0.1% 磷酸, 梯度洗脱; 体
积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 225、254、273、281 nm。以丁香酚为内标, 建立其他 4 种成分的相对校正
因子, 测定其含有量。**结果** 鞣花酸、丁香酚、木香烃内酯、去氢木香内酯和去氢二异丁香酚分别在 0.227 0~
1.135 2、5.272 2~26.361 0、0.540 8~2.704 0、0.530 4~2.652 0、0.059 0~0.299 5 μg 范围内线性关系良好($r >$
0.999 0), 平均加样回收率(RSD)分别为 96.37% (2.07%)、102.19% (2.78%)、101.66% (1.66%)、103.46%
(1.17%)、98.25% (1.98%), 一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法稳定可靠, 可用于肉豆蔻-8 散的
质量控制。

关键词: 肉豆蔻-8 散; 鞣花酸; 丁香酚; 木香烃内酯; 去氢木香内酯; 去氢二异丁香酚; 一测多评

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2018)06-1307-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2018.06.016

Simultaneous determination of five constituents in Roudoukou-8 Powder by QAMS

JIA Wen-ting, ZANG Yuan-yan, GUO Na, WANG Yu-hua*
(College of Pharmacy, Inner Mongolia Medical University, Hohhot 010110, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method
for the simultaneous content determination of five constituents in Roudoukou-8 Powder (*Myristicae Semen, Auck-*
landiae Radix, Lignum aquilariae Resinatum, etc.). **METHODS** The analysis of 75% methanol extract of this
drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Apollo C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile
phase comprising of methanol-0.1% phosphoric acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the
detection wavelengths were set at 225, 254, 273, 281 nm. With eugenol as an internal standard, the relative cor-
rection factors of the other four constituents were calculated, after which the content determination was made.
RESULTS Ellagic acid, eugenol, costunolide, dehydroroma lactone, dehydrodiisoeugenol showed good linear re-

收稿日期: 2017-09-24
基金项目: 国家自然科学基金项目(81360678); 内蒙古自治区科技计划项目(1405125)
作者简介: 贾文婷(1993—), 女, 硕士生, 从事中蒙药化学成分分析及药效物质基础研究。E-mail: jia19930815@sina.com
* 通信作者: 王玉华(1959—), 女, 博士, 教授, 从事中蒙药化学成分分析及药效物质基础研究。E-mail: yuhuawang59@163.com