

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

relationships within the ranges of 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 ($r > 0.999\ 0$), whose average recoveries (RSDs) were 96.37% (2.07%), 102.19% (2.78%), 101.66% (1.66%), 103.46% (1.17%), 98.25% (1.98%), respectively. 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 Roudoukou-8 Powder.

KEY WORDS: Roudoukou-8 Powder; ellagic acid; eugenol; costunolide; dehydroroma lactone; dehydroadisoeugenol; quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS)

肉豆蔻-8 散由肉豆蔻、木香、沉香、丁香、广枣、旋覆花、阿魏、牛心 8 味药材组成,收载于《金色柯子花蕾》(后更名为《普济方集》)中,目前被《内蒙古蒙药制剂规范》第 2 册收录,用于治疗各种“心赫依”病,心烦、气短、失眠、心供血不足、心区疼痛和风湿性心脏病。虽然前期已对方中丁香酚、去氢二异丁香酚、槲皮素含有量的测定方法进行了研究^[1-3],但由于中药成分的复杂性和多样性,应尽可能对多种成分含有量进行测定,这样更能符合中药的特点^[4-5]。

一测多评法是通过测定 1 种廉价且易得的对照品成分,从而实现多种成分同时测定的方法^[6-9]。本实验通过该方法同时测定肉豆蔻-8 散中丁香酚、鞣花酸、木香炔内酯、去氢木香内酯、去氢二异丁香酚的含有量,以期为其质量控制奠定基础。

1 材料

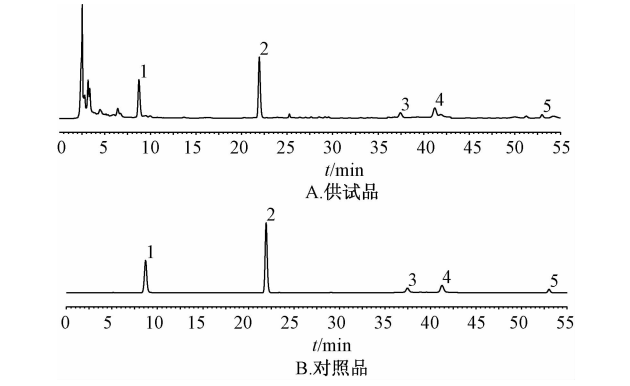
1.1 仪器 Dionex Ultimate3000 型高效液相色谱仪(赛默飞世尔科技北京有限公司);Waters e2695 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司);AR224CN 型万分之一、DV215CD 型十万分之一电子天平(奥豪斯仪器上海有限公司);HH-S 型水浴锅(巩义市予华仪器有限责任公司)。

1.2 试药 肉豆蔻-8 散共 10 批(内蒙古医科大学药学院制备)。鞣花酸对照品(批号 L161116,河南莱尔茵生物科技有限公司);丁香酚(批号 110725-201213)、木香炔内酯(批号 111524-200804)、去氢木香内酯(批号 111525-200404)、去氢二异丁香酚(批号 111838-201102)对照品均购自中国食品药品检定研究院。甲醇、乙腈为色谱纯;其他试剂均为分析纯;水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 ApolloC₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相 甲醇(A)-0.1% 磷酸(B),梯度洗脱(0~15 min, 51% A; 15~22 min, 51%~65% A; 22~42 min, 65%~67% A; 42~55 min, 67%~80% A);检测波长 0~15 min

254 nm, 15~35 min 281 nm, 35~42 min 225 nm, 42~55 min 273 nm; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 $^{\circ}\text{C}$; 进样量 20 μL , 色谱图见图 1。由图可知,各成分色谱峰峰形均良好,分离度均大于 1.5,理论塔板数均大于 7 000。



1. 鞣花酸 2. 丁香酚 3. 木香炔内酯 4. 去氢木香内酯
5. 去氢二异丁香酚
1. ellagic acid 2. eugenol 3. costunolide 4. dehydroroma lactone
5. dehydroadisoeugenol

图 1 各成分 HPLC 色谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

2.2 供试品溶液制备 精密称取散剂约 1.0 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入 75% 甲醇 25 mL,密塞,称定质量,加热回流 1 h,放冷,75% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,即得。

2.3 对照品溶液制备 精密称取鞣花酸、丁香酚、木香炔内酯、去氢木香内酯、去氢二异丁香酚对照品适量,用甲醇制成每 1 mL 分别含 56.76、1 318.05、135.20、132.60、14.98 μg 上述成分的溶液,即得,保存于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中备用。

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察 精密吸取“2.3”项下对照品溶液 4、8、12、16、20 μL ,按“2.1”项色谱条件下进样测定。以对照品进样量为横坐标(X),峰面积积分值为纵坐标(Y)进行回归,分别以信噪比 1:3、1:10 计算检测限、定量限,结果见表 1,可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 1 各成分线性关系

Tab. 3 Linear relationships of various constituents					
成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/μg	检测限/ng	定量限/ng
鞣花酸	$Y = 125.552\ 8X - 0.049\ 4$	0.999 9	0.227 0 ~ 1.135 2	0.66	2.20
丁香酚	$Y = 9.976\ 3X + 0.293\ 8$	0.999 9	5.272 2 ~ 26.361 0	4.04	15.91
木香烯内酯	$Y = 8.073\ 9X + 0.139\ 7$	0.999 8	0.540 8 ~ 2.704 0	40.23	138.41
去氢木香内酯	$Y = 15.245\ 2X + 0.014\ 2$	0.999 9	0.530 4 ~ 2.652 0	17.48	58.28
去氢二异丁香酚	$Y = 48.690\ 2X + 0.021\ 3$	0.999 8	0.059 0 ~ 0.299 5	17.49	58.31

2.4.2 精密度试验 取同一批散剂，按“2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得鞣花酸、丁香酚、木香烯内酯、去氢木香内酯、去氢二异丁香酚峰面积 RSD 分别为 0.80%，0.07%，0.29%，0.18%、0.91%，表明仪器精密度好。

2.4.3 重复性试验 取同一批散剂 6 份，按“2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得鞣花酸、丁香酚、木香烯内酯、去氢木香内酯、去氢二异丁香酚含有量 RSD 分别为 1.97%，0.73%，1.07%，0.61%、0.62%，表明该方法重复性良好。

2.4.4 稳定性试验 取同一批散剂，按“2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下测定，于 0、2、4、8、12、24、48 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得鞣花酸、丁香酚、木香烯内酯、去氢木香内酯、去氢二异丁香酚峰面积 RSD 分别为 0.92%、0.51%、0.82%、0.74%、0.69%，表明溶液在 48 h 内稳定性良好。

2.4.5 加样回收率试验 精密称取同一批散剂 6 份，每份约 0.5 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入各对照品适量，按“2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算回收率，结果见表 2。

2.5 一测多评法

2.5.1 相对校正因子计算 以丁香酚为内标，计算其他 4 种成分相对校正因子，结果见表 3。

表 2 各成分加样回收率试验结果（*n* = 6）

Tab. 2 Results of recovery tests for various constituents (<i>n</i> = 6)						
成分	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回收 率/%	RSD/ %
鞣花酸	0.368 0	0.377	0.733 0	96.82	96.37	2.07
	0.368 2	0.367	0.734 9	99.91		
	0.376 7	0.352	0.713 6	95.71		
	0.368 3	0.350	0.704 3	96.00		
	0.370 5	0.350	0.712 8	95.89		
丁香酚	0.370 2	0.348	0.696 8	93.86		
	7.809 6	7.865	15.478 6	97.50	102.19	2.78
	7.814 2	7.921	16.045 3	103.91		
	7.861 3	7.980	16.215 0	104.67		
	7.817 4	7.992	15.809 0	99.99		
木香烯内酯	7.864 2	7.832	15.912 6	102.76		
	7.856 1	8.055	16.255 5	104.28		
	1.089 8	1.012	2.116 2	101.42	101.66	1.66
	1.090 4	1.112	2.216 7	101.28		
	1.091 2	1.022	2.127 6	101.41		
去氢木香内酯	1.090 8	1.112	2.194 3	99.23		
	1.118 1	1.101	2.242 9	102.16		
	1.105 4	1.112	2.266 9	104.44		
	1.070 9	1.052	2.169 0	104.380	103.46	1.17
	1.071 3	1.086	2.202 3	104.14		
去氢二异丁香酚	1.072 4	1.092	2.196 8	102.96		
	1.072 1	1.086	2.177 7	101.80		
	1.078 2	1.076	2.181 6	102.55		
	1.078 2	1.069	2.199 9	104.92		
	0.107 7	0.108	0.233 8	97.00	98.25	1.98
	0.107 7	0.108	0.206 4	98.70		
	0.107 8	0.108	0.203 8	95.94		
	0.107 8	0.108	0.209 5	101.69		
	0.108 4	0.108	0.236 1	98.19		
	0.108 3	0.108	0.235 7	97.99		

表 3 各成分相对校正因子

Tab. 3 Relative correction factors of various constituents						
相对校正因子	进样量/μL					RSD/%
	4	8	12	16	20	
$f_{\text{丁香酚/鞣花酸}}$	12.424 8	12.520 2	12.552 6	12.567 8	12.578 3	0.50
$f_{\text{丁香酚/木香烯内酯}}$	0.848 2	0.825 6	0.818 0	0.814 3	0.812 2	1.78
$f_{\text{丁香酚/去氢木香内酯}}$	1.518 2	1.524 2	1.526 3	1.527 3	1.528 0	0.26
$f_{\text{丁香酚/去氢二异丁香酚}}$	4.897 2	4.888 5	4.885 5	4.884 1	1.525 0	0.12

2.5.2 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响 本实验考察了不同仪器（Dionex UltiMte3000、

Waters e2695）、色谱柱（GRACE Apollo C₁₈、Agilent ZORBAX SB-C₁₈、Hanbon Lichrospher C₁₈、Hy-

persil GOLD, 4.6 mm×250 mm, 5 μm) 对相对校正因子、色谱柱所测得相对校正因子的 RSD 均小于正因子的影响, 结果见表 4。由表可知, 不同仪器 0.4%, 即影响较小。

表 4 不同仪器、色谱柱下各成分相对校正因子

仪器 色谱柱	Dionex				Waters				平均值	RSD/ %
	GRACE	Agilent	Hanbon	Hypersil	GRACE	Agilent	Hanbon	Hypersil		
相对校正因子 _f 丁香酚/鞣花酸	12.528 9	12.549 2	12.549 6	12.550 3	12.567 1	12.567 5	12.567 3	12.567 7	12.5560	0.11
_f 丁香酚/木香烃内酯	0.823 7	0.818 4	0.818 7	0.818 4	0.814 8	0.814 5	0.815 0	0.814 8	0.817 3	0.39
_f 丁香酚/去氢木香内酯	1.524 8	1.525 7	1.525 7	1.525 7	1.527 1	1.527 1	1.527 1	1.527 1	1.526 3	0.06
_f 丁香酚/去氢二异丁香酚	4.887 7	4.885 0	4.884 6	4.884 5	4.882 9	4.883 2	4.883 3	4.882 9	4.884 2	0.03

2.5.3 待测组分色谱峰定位^[10-12] 表 5 显示, 在相同色谱条件下当色谱柱发生变化时, 各成分相对保留时间 RSD 均大于 5%, 表明不能用相对保留时间定位色谱峰。表 6 显示, 在相同色谱条件下改变色谱柱时, 各成分保留时间差 RSD 绝对值均大于 5%, 表明不能用保留时间差定位色谱峰。

表 5 各成分相对保留时间

Tab. 5 Relative retention time of various constituents					
色谱柱	鞣花酸	丁香酚	木香烃内酯	去氢木香内酯	去氢二异丁香酚
GRACE	0.397	1	1.708	1.881	2.416
Agilent	0.330	1	2.012	2.161	2.788
Hanbon	0.537	1	1.829	1.974	2.654
Hypersil GOLD	0.322	1	2.000	2.137	2.789
RSD/%	25.13	0	7.75	6.26	6.60

表 6 各成分保留时间差

Tab. 6 Retention time differences of various constituents					
色谱柱	鞣花酸	丁香酚	木香烃内酯	去氢木香内酯	去氢二异丁香酚
GRACE	13.238	0	-15.532	-19.323	-31.078
Agilent	11.491	0	-17.365	-19.899	-30.660
Hanbon	8.378	0	-14.995	-17.615	-29.925
Hypersil GOLD	9.838	0	-14.515	-16.489	-25.957
RSD/%	19.54	0	-7.99	-8.54	-7.98

然后, 采用两点校正法^[13-14], 以鞣花酸和去氢二异丁香酚为对象进行两点校正, Dionex + GRACE Apollo C₁₈测定的两者保留时间为横坐标 (X), 其他色谱柱测定的保留时间为纵坐标 (Y) 建立校正方程, 计算出各成分预测出峰时间, 再从其测定的色谱图中寻找对应的色谱峰, 结果见表 7。由表可知, 当色谱条件相同、仪器和色谱柱不同时, 各成分实测保留时间与预测出峰时间的差值均较小, 故确定通过该方法来定位色谱峰。

2.5.4 样品含有量测定 取 10 批散剂, 按“2.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”项色谱条件下进样测定, 分别用一测多评法和外标法计算各成分含有量, 结果见表 8。由表可知, 2 种方法所得结果之间的相对误差均小于 2%, 表明一测多评法准确可靠。

3 讨论

3.1 色谱条件选择 本实验对流动相 (甲醇-

0.1% 磷酸、甲醇-0.1% 甲酸、乙腈-水、乙腈-0.1% 磷酸)、柱温 (20、25、30、35 ℃) 进行考察。结果, 在柱温 30 ℃、流动相甲醇-0.1% 磷酸的色谱条件下梯度洗脱时, 各色谱峰与相邻峰分离较好, 而且基线平稳。

3.2 检测波长选择 本实验采用 DAD 检测器, 在 190~400 nm 波长范围内进行光谱扫描。结果, 鞣花酸、丁香酚的最大吸收波长分别为 254、281 nm, 木香烃内酯、去氢木香内酯的最大吸收波长均为 225 nm, 去氢二异丁香酚的最大吸收波长为 273 nm。为了使各成分在同一色谱图中被采集, 故通过切换波长进行检测。

3.3 提取条件选择 本实验对提取方法 (超声、加热回流)、提取溶剂 (95% 甲醇、75% 甲醇、50% 甲醇、甲醇)、提取时间 (0.5、1、1.5、2 h) 进行考察, 确定最佳提取条件为以 75% 甲醇为提取溶剂, 加热回流提取 1 h。

表 7 各成分预测出峰时间
Tab. 7 Predictive appearance time of various constituents

仪器	色谱柱	校正方程	保留时间	鞣花酸/	丁香酚/	木香炔内酯/	去氢木香内酯/	去氢二异丁	
				min	min	min	min	香酚/min	
Dionex	GRACE	$Y = 0.951\ 1X - 2.620$	实测	8.702	21.940	37.472	41.263	53.018	
			实测	5.652	17.143	34.508	37.042	47.803	
	Agilent		预测	5.656	18.247	33.020	36.625	47.805	
			实测	9.715	18.093	33.088	35.708	48.018	
	Hanbon		$Y = 0.864\ 3X + 2.193\ 7$	预测	9.715	20.156	34.581	37.857	48.017
			实测	4.670	14.508	29.023	30.997	40.465	
Waters	Hypersil GOLD	$Y = 0.807\ 7X - 2.358\ 8$	预测	4.670	15.362	28.907	30.969	40.464	
		实测	7.968	20.563	35.177	38.368	50.599		
	GRACE	$Y = 0.961\ 9X - 0.402\ 5$	预测	7.968	20.702	35.642	39.288	50.595	
		实测	5.276	15.591	32.619	34.895	44.437		
	Agilent	$Y = 0.883\ 7X - 2.414\ 0$	预测	5.277	16.976	31.703	34.054	44.443	
		实测	8.828	16.326	31.228	33.556	37.800		
Hanbon	$Y = 0.653\ 8X + 3.139\ 0$	预测	8.828	17.483	30.638	33.117	37.802		
	实测	4.499	13.350	27.751	29.523	44.614			
Hypersil GOLD	$Y = 0.905\ 2X - 3.337\ 8$	预测	4.499	14.482	29.541	29.973	44.614		

表 8 各成分含有量测定结果 (mg/g)
Tab. 8 Results of content determination of various constituents (mg/g)

批号	丁香酚	鞣花酸		木香炔内酯		去氢木香内酯		去氢二异丁香酚	
	外标法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法
1	10.755 8	0.689 1	0.690 4	1.703 2	1.691 5	2.040 1	2.041 8	0.189 4	0.189 3
2	10.817 0	0.734 3	0.735 7	1.739 8	1.727 3	2.098 9	2.100 6	0.192 3	0.192 2
3	10.972 6	0.761 7	0.763 1	1.794 5	1.780 9	2.230 5	2.232 3	0.205 7	0.205 7
4	11.342 5	0.765 9	0.767 4	1.876 2	1.861 0	2.236 8	2.238 6	0.205 8	0.205 7
5	11.521 5	0.772 4	0.773 9	2.043 2	2.024 8	2.269 7	2.271 5	0.214 8	0.214 7
6	11.758 1	0.777 5	0.779 0	2.179 5	2.158 5	2.361 5	2.363 3	0.278 3	0.278 0
7	12.560 6	0.785 8	0.787 3	2.209 3	2.187 8	3.294 6	3.296 7	0.283 6	0.283 2
8	12.808 9	0.788 2	0.789 7	2.234 4	2.212 4	3.347 9	3.350 0	0.292 7	0.292 4
9	13.996 6	0.792 5	0.794 1	2.276 6	2.253 8	3.537 2	3.539 3	0.295 3	0.294 9
10	15.656 3	0.810 5	0.812 1	2.296 8	2.273 6	3.554 0	3.556 2	0.455 1	0.454 2

3.4 一测多评色谱峰定位方法选择 一测多评法应用成功的关键在于待测成分色谱峰的定位是否准确。本实验考察了相对保留时间法、保留时间差法和两点校正法,发现在不同仪器、色谱柱上各成分的出峰时间有所不同,相对保留时间法、保留时间差法的 RSD 均大于 5% ,不适合对色谱峰进行定位;采用两点校正法所得各色谱峰实测保留时间与预测出峰时间的差值较小,故本实验采用两点校正法来定位色谱峰。

参考文献:

[1] 王文静,张薇薇,王玉华. 高效液相色谱法测定肉豆蔻八味胶囊中去氢二异丁香酚的含量[J]. 中南药学, 2014, 12(5): 470-472.

[2] 郝美玲,籍学伟,王玉华. GC 测定八味沉香胶囊中丁香酚含量[J]. 中成药, 2010, 32(1): 166-168.

[3] 王伟,韩江伟,孙丽君,等. HPLC 法测定八味沉香胶囊中槲皮素的含量[J]. 中国新药杂志, 2010, 19(18):

1719-1721.

[4] 陈杨,徐光临,徐德生,等. 一测多评法在中药质量控制中的应用及关键问题[J]. 环球中医药, 2017, 10(5): 635-640.

[5] 朱春胜,林志健,张冰,等. 谱效整合一测多评在中药质量评价中的应用进展[J]. 中成药, 2016, 38(9): 2018-2021.

[6] 刘昌孝,陈士林,肖小河,等. 中药质量标志物(Q-Marker): 中药产品质量控制的新概念[J]. 中草药, 2016, 47(9): 1443-1457.

[7] 罗文艳,段和祥,杨毅生,等. 一测多评法测定菱蒿药材中 10 种成分的含量[J]. 中药材, 2016, 39(4): 822-825.

[8] 王晓燕,霍甜甜,李振国. 一测多评法同时测定杞菊地黄口服液 4 种有效成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2017, 37(2): 290-296.

[9] 王欣,覃瑶,王德江,等. 一测多评法在中药质量控制中的应用进展[J]. 中成药, 2016, 38(2): 395-402.

[10] 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.

[11] 陈晶晶, 周 媛, 黄晓蕾, 等. 基于一测多评的舒血宁注射液定量测定方法研究[J]. 中草药, 2016, 47 (11): 1890-1896.

[12] 丁黎艳, 周 璐, 王丽娜, 等. 一测多评法测定补骨脂中不同类型成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(5): 152-154.

[13] 王龙星, 肖红斌, 梁鑫森. 一种提高色谱指纹图谱保留时间重现性的新方法[J]. 分析化学, 2003, 31 (10): 1232-1236.

[14] 江美芳, 胡晓茹, 林瑞超, 等. 三黄片一测多评的方法学研究[J]. 药物分析杂志, 2015, 35 (12): 2148-2157.

HPLC 法同时测定降糖甲片中 9 种成分

梁 龙, 陈镜楼, 刘 忠, 刘 立, 宋红萍*
(武汉市第四医院药学部, 湖北 武汉 430034)

摘要: **目的** 建立 HPLC 法同时测定降糖甲片(地黄、黄芪、太子参等)中梓醇、麦角甾苷、吉奥诺苷 B₁、马替诺皂苷、毛蕊异黄酮-7-*O*- β -*D*-葡萄糖苷、芒柄花苷、毛蕊异黄酮、芒柄花素、太子参环肽 B 的含有量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Agilent TC-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m); 以乙腈-0.1% 冰醋酸为流动相, 梯度洗脱; 体积分流量 0.9 mL/min; 柱温 30 $^{\circ}$ C; 检测波长 203、210、254、330 nm。**结果** 9 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 96.86% $\sim$ 100.30%, RSD 0.74% $\sim$ 1.68%。**结论** 该方法稳定可靠, 可用于降糖甲片的质量控制。

关键词: 降糖甲片; 化学成分; HPLC

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2018)06-1312-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2018.06.017

Simultaneous determination of nine constituents in Jiangtangjia Tablets by HPLC

LIANG Long, CHEN Jing-lou, LIU Zhong, LIU Li, SONG Hong-ping*
(Department of Pharmacy, The Fourth Hospital of Wuhan, Wuhan 430034, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish an HPLC method for the simultaneous content determination of catalpol, acteoside, jionoside B₁, martinoside, calycosin-7-*O*- β -*D*-glucoside, ononin, calycosin, formononetin and heterophyllin B in Jiangtangjia Tablets (*Rehmanniae Radix*, *Astragali Radix*, *Pseudostellariae Radix*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 30 $^{\circ}$ C thermostatic Agilent TC-C₁₈ column (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% glacial acetic acid flowing at 0.9 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 203, 210, 254, 330 nm. **RESULTS** Nine constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r > 0.999\ 0$), whose average recoveries were 96.86% $-$ 100.30% with the RSDs of 0.74% $-$ 1.68%. **CONCLUSION** This stable and reliable method can be used for the quality control of Jiangtangjia Tablets.

KEY WORDS: Jiangtangjia Tablets; chemical constituents; HPLC

收稿日期: 2017-09-27

基金项目: 湖北省卫生计生科研基金资助项目 (WJ2017M189)

作者简介: 梁 龙 (1988—), 男, 硕士, 药师, 从事药物质量控制等医院药学研究工作。Tel: 15926240906, (027) 68831597

* 通信作者: 宋红萍 (1968—), 女, 博士, 主任药师, 从事药物质量控制等医院药学研究工作。Tel: 13407115402, (027) 68835014,

E-mail: songhongping68@126.com