

醇^[6,11]、75% 甲醇^[8,12]、50% 甲醇、乙醇)、提取方式(超声提取、回流提取)、提取时间(15、30、60 min)对供试品溶液的影响,最终确定其制备方法为75% 甲醇超声提取30 min。

3.2 色谱条件选择 本实验以待测成分峰形、分离度、色谱峰基线平稳状况为评价指标,考察了流动相(乙腈-水^[6,10]、乙腈-0.1% 甲酸^[7,9]、乙腈-0.1% 磷酸^[4,12])对测定结果的影响,最终确定乙腈-0.1% 甲酸作为流动相进行梯度洗脱,此时待测成分与其他杂质的分离度符合《中国药典》要求,而且色谱峰基线平稳,峰形对称。

4 结论

本实验采用 HPLC 法同时测定了复方党参片中党参炔苷、丹参素、丹酚酸 B、丹参酮Ⅱ_A、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、欧前胡素、藁本内酯的含有量,该方法准确度高,重复性好,可用于该制剂质量标准的提高和完善。

参考文献:

[1] WS-11271 (ZD-1271) -2002-2012Z, 国家食品药品监督管理局标准[S].
[2] 严善福, 吴 敏. 复方党参片对胸痹的临床疗效[J]. 职业卫生与应急救援, 2004, 22(2): 110-111.

[3] 程显隆, 马双成, 肖新月, 等. 复方党参片的质量标准研究[J]. 药物分析杂志, 2007, 27(1): 56-59.
[4] 刘茹丽. 高效液相色谱法测定复方党参片中丹酚酸 B 含量[J]. 中国药业, 2016, 25(8): 67-68.
[5] 蒋珍藕, 陈荣光, 孙宁梧. 复方党参片的质量标准研究[J]. 中药新药与临床药理, 2004, 15(3): 184-186.
[6] 刘书斌, 张樱山, 李 硕, 等. 甘肃不同产地党参中表征成分党参炔苷的含量分析[J]. 甘肃中医学院学报, 2014, 31(5): 15-19.
[7] 李 颖, 张 宽, 叶 华, 等. 高效液相色谱法测定两种不同来源党参中党参炔苷的含量[J]. 海峡药学, 2014, 26(6): 47-49.
[8] 程 沛, 韩东岐, 胡伟慧, 等. 高效液相色谱法同时测定丹参中 10 种水溶性和 4 种脂溶性成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(6): 991-996.
[9] 翟学佳, 徐锦凤. 高效液相色谱法同时测定丹参药材水溶性和脂溶性成分的含量[J]. 医药导报, 2009, 28(10): 1345-1348.
[10] 李德强, 肖媛媛, 戴荣源, 等. 加压溶剂提取-HPLC 法测定北沙参中 6 种香豆素类化合物[J]. 中国临床药理学杂志, 2015, 31(24): 2433-2436.
[11] 王 婕, 赵建邦, 宋平顺. 30 批当归中阿魏酸、藁本内酯含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(16): 70-73.
[12] 牛 韬. HPLC 法测定硫磺熏蒸与未熏蒸北沙参中 5 种香豆素类成分的含量[J]. 中国药房, 2015, 26(27): 3836-3838.

一测多评法同时测定苏黄止咳胶囊中 7 种成分

王加良, 张艳丽, 范景辉, 李海燕*
(牡丹江医学院附属红旗医院, 黑龙江 牡丹江 157011)

摘要: 目的 建立一测多评法同时测定苏黄止咳胶囊(牛蒡子、紫苏叶、紫苏子等)中牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲的含有量。方法 该药物甲醇提取液的分析采用 Hypersil ODS C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相甲醇-0.1% 冰醋酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 25 ℃; 检测波长 250、280、321 nm。以迷迭香酸为内标, 计算其他 6 种成分的相对校正因子, 测定其含有量。结果 7 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 96.91%~100.1%, RSD 0.61%~1.40%。一测多评法所得结果与外标法接近。结论 该方法稳定可靠, 可用于苏黄止咳胶囊的质量控制。

关键词: 苏黄止咳胶囊; 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(2019)07-1505-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.07.006

收稿日期: 2018-10-09

基金项目: 牡丹江市科学技术计划项目(z2015s0023)

作者简介: 王加良(1978—), 男, 硕士, 副教授, 副主任药师, 从事药物分析、质量控制等医院药学研究工作。Tel: 15145392888, E-mail: 1454492066@qq.com

* 通信作者: 李海燕(1986—), 女(朝鲜族), 硕士, 讲师, 从事药学领域研究工作。Tel: 13684536066

Simultaneous determination of seven constituents in Suhuang Zhike Capsules by QAMS

WANG Jia-liang, ZHANG Yan-li, FAN Jing-hui, LI Hai-yan *
(Hongqi Hospital Affiliated to Mudanjiang Medical University, Mudanjiang 157011, China)

ABSTRACT: AIM To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of arctiin, arctigenin, rosmarinic acid, praeruptorin A, praeruptorin B, praeruptorin E and schisandrin in Suhuang Zhike Capsules (*Arctii Fructus*, *Perillae Folium*, *Perillae Fructus*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 25 °C thermostatic Hypersil ODS C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of methanol-0.1% glacial acetic acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 250, 280, 321 nm. Rosmarinic acid was used as an internal standard to calculate the relative correction factors of the other six constituents, after which the content determination was made. **RESULTS** Seven constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r>0.999\ 0$), whose average recoveries were 96.91%–100.1% with the RSDs of 0.61%–1.40%. 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 Suhuang Zhike Capsules. **KEY WORDS:** Suhuang Zhike Capsules; chemical constituents; quantitative analysis of multi-components by single-marker

苏黄止咳胶囊是由牛蒡子、紫苏叶、紫苏子、前胡、五味子、麻黄、地龙、蜜枇杷叶、蝉蜕等中药材加工而成的中成药复方制剂，收载于国家食品药品监督管理局标准（YBZ00172008）中^[1]，方中紫苏叶、麻黄止咳平喘，疏风宣肺，为君药；五味子、蝉蜕止咳化痰，收敛肺气，为臣药；紫苏子、枇杷叶、地龙、前胡止咳化痰，利咽，牛蒡子利咽止痒，为佐药。但苏黄止咳胶囊现行质量标准仅对其所含的盐酸麻黄碱进行定量检测，而姚琴等^[2]采用 HPLC 法测定其中紫苏醛含量，尚无多成分同时测定的报道。

中成药复方制剂组成复杂，单一成分定量测定难以全面控制其质量和疗效一致性，多指标成分测定已成为相关质量评价的发展趋势。苏黄止咳胶囊中君药紫苏叶和紫苏子主要含有黄酮、迷迭香酸、咖啡酸、阿魏酸等成分，以迷迭香酸为主；臣药五味子主要含有木脂素、萜类、多糖、有机酸等成分，以五味子醇甲、五味子醇乙等木脂素为主；佐药牛蒡子主要含有牛蒡苷、牛蒡苷元等木脂素，前胡主要含有白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素等香豆素。为全面有效地控制该制剂质量，本实验采用一测多评法，以迷迭香酸为内标，建立该成分与牛蒡子苷、牛蒡子苷元、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲的相

对校正因子，并计算各成分含量，以期为其质量控制提供参考。

1 材料

1.1 仪器 Waters 2695 型高效液相色谱仪（美国 Waters 公司）；AL204 型电子天平 [梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司]；SK5200H 型超声波清洗器（上海科导仪器有限公司）。

1.2 试药 白花前胡甲素（111711-201703，含量 98.8%）、迷迭香酸（111871-201706，含量 90.5%）、白花前胡乙素（111904-201203，含量 98.0%）、五味子醇甲（110857-201714，含量 99.9%）对照品均购自中国食品药品检定研究院；牛蒡子苷（20362-31-6）、牛蒡子苷元（7770-78-7）、白花前胡 E 素（78478-28-1）对照品均购自上海纯优生物科技有限公司。苏黄止咳胶囊（每粒装 0.45 g，批号 17120812、18040311、18042111）购自扬子江药业集团北京海燕药业有限公司。甲醇为色谱纯；其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Hypersil ODS C₁₈ 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μm）；流动相甲醇-0.1%冰醋酸，梯度洗脱^[3-6]（0~9.0 min，45.0% A；9.0~19.0 min，45.0%→52.0% A；19.0~26.0 min，52.0%→59.0% A；26.0~38.0 min，59.0%→72.0% A；

38.0 ~ 44.0 min, 72.0% → 78.0% A; 44.0 ~ 50.0 min, 78.0% → 45.0% A); 0 ~ 19.0 min 时在 280 nm^[6-9] 波长下检测牛蒡子苷和牛蒡子苷元, 19.0 ~ 38.0 min 时在 321 nm^[7,10-12] 波长下检测迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素, 38.0 ~ 50.0 min 时在 250 nm^[7,13] 波长下检测五味子醇甲; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 25 ℃; 进样量 10 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲对照品适量, 甲醇分别制成 1.918、0.882、0.526、0.994、0.266、0.372、0.418 mg/mL, 各精密吸取 2.5 mL 于同一 50 mL 量瓶中, 甲醇定容, 即得 (质量浓度分别为 95.9、44.1、26.3、49.7、13.3、18.6、20.9 μg/mL)。

2.2.2 供试品溶液 取胶囊适量, 倾出内容物研细, 精密称取 0.2 g, 置于 50 mL 量瓶中, 加 45 mL

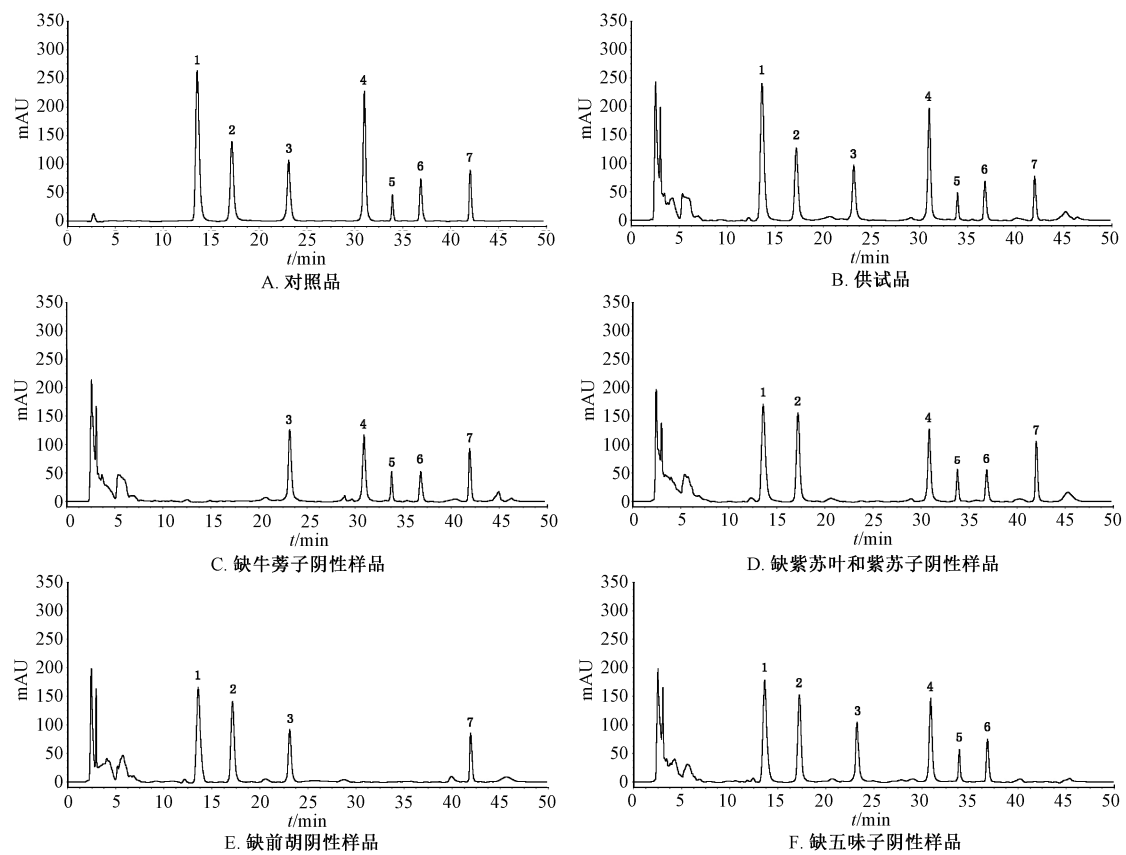
甲醇超声提取 0.5 h, 放冷, 甲醇稀释至刻度, 振摇均匀, 滤过, 即得。

2.2.3 阴性样品溶液 按胶囊处方和生产工艺要求, 分别制备不含牛蒡子、紫苏叶和紫苏子、前胡、五味子的阴性样品, 按“2.2.2”项下方法制备, 即得。

2.2.4 线标溶液 精密吸取“2.2.1”项下贮备液各 2.5 mL, 置于同一 20 mL 量瓶中, 甲醇制成线标溶液 I, 精密吸取适量, 甲醇分别稀释 2、5、10、20、25 倍, 分别制成线标溶液 II、III、IV、V、VI, 即得。

2.3 方法学考察

2.3.1 系统适用性与专属性试验 精密吸取对照品、供试品、阴性样品溶液适量, 在“2.1”项色谱条件下进样测定, 结果见图 1。由图可知, 各成分均能实现基线分离, 阴性无干扰, 理论塔板数按所测成分计均大于 3 500, 分离度均大于 1.5。



1. 牛蒡子苷 2. 牛蒡子苷元 3. 迷迭香酸 4. 白花前胡甲素 5. 白花前胡乙素 6. 白花前胡 E 素 7. 五味子醇甲
1. arctiin 2. arctigenin 3. rosmarinic acid 4. praeruptorin A 5. praeruptorin B 6. praeruptorin E 7. schisandrin

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

2.3.2 线性关系考察 精密吸取“2.2.4”项下线标溶液 I ~ VI 适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定。以溶液质量浓度为横坐标 (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。

表 1 各成分线性关系

Tab. 1 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	r	线性范围/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
牛蒡子苷	$Y=9.811\times10^5X-768.9$	0.999 2	9.590~239.8
牛蒡子苷元	$Y=8.240\times10^5X+386.2$	0.999 4	4.410~110.2
迷迭香酸	$Y=5.964\times10^5X+926.3$	0.999 6	2.630~65.75
白花前胡甲素	$Y=1.107\times10^6X-901.9$	0.999 7	4.970~124.2
白花前胡乙素	$Y=3.153\times10^5X+494.2$	0.999 7	1.330~33.25
白花前胡 E 素	$Y=5.051\times10^5X+820.4$	0.999 2	1.860~46.50
五味子醇甲	$Y=4.992\times10^5X-755.2$	0.999 5	2.090~52.25

2.3.3 精密度试验 取“2.2.1”项下对照品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定 6 次，测得牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲峰面积 RSD 分别为 0.57%、0.68%、0.71%、0.63%、1.01%、0.96%、0.87%，表明仪器精密度良好。

2.3.4 重复性试验 取同一批胶囊（批号 17120812），按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液 6 份，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲含有量 RSD 分别为 0.96%、1.08%、0.79%、1.05%、1.59%、1.47%、1.43%，表明该方法重复性良好。

表 2 各成分相对校正因子

Tab. 2 Relative correction factors of various constituents

线标溶液	相对校正因子(内标迷迭香酸)					
	牛蒡子苷	牛蒡子苷元	白花前胡甲素	白花前胡乙素	白花前胡 E 素	五味子醇甲
VI	1.590	1.358	1.841	0.532 4	0.831 6	0.807 2
V	1.647	1.338	1.858	0.525 1	0.848 4	0.813 0
IV	1.639	1.357	1.857	0.528 4	0.842 6	0.829 6
III	1.608	1.383	1.854	0.535 7	0.832 0	0.836 2
II	1.670	1.396	1.849	0.526 8	0.860 7	0.841 9
I	1.639	1.378	1.856	0.529 2	0.844 0	0.835 0
平均值	1.632	1.368	1.852	0.529 6	0.843 2	0.827 1
RSD/%	1.76	1.54	0.35	0.74	1.29	1.68

2.5 耐用性试验 考察 Waters 2695、Agilent 1260 色谱仪和 Kromasil C₁₈、Shim-pack C₁₈、Hypersil ODS C₁₈ 色谱柱对相对校正因子的影响，结果见表 3，可知均无明显影响。

2.3.5 稳定性试验 取同一份供试品溶液（批号 17120812），于 0、2、4、8、16、24 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲峰面积 RSD 分别为 0.55%、0.62%、0.73%、0.59%、1.04%、0.92%、0.81%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.6 加样回收率试验 取含有量已知的同一批胶囊（批号 17120812）适量，倾出内容物，研细，精密称取 6 份，每份 0.1 g，置于 50 mL 量瓶中，分别精密加入牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲对照品溶液（质量浓度分别为 1.327、0.569、0.718、0.751、0.342、0.479、0.611 mg/mL）2.0、2.0、1.0、2.0、1.0、1.0、1.0 mL，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算含有量。结果，牛蒡子苷、牛蒡子苷元、迷迭香酸、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素、五味子醇甲平均加样回收率（RSD）分别为 100.1%（0.76%）、99.28%（0.94%）、97.90%（1.33%）、99.74%（0.61%）、96.91%（1.40%）、98.56%（1.25%）、98.69%（1.16%）。

2.4 相对校正因子计算 精密吸取“2.2.4”项下线标溶液 I ~ VI 适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，以迷迭香酸为内标，计算其他 6 种成分相对校正因子 $f_{\text{内标/其他成分}}$ ，公式为 $f_{\text{内标/其他成分}}=f_{\text{内标}}/f_{\text{其他成分}}=(W_{\text{内标}}\times A_{\text{其他成分}})/(W_{\text{其他成分}}\times A_{\text{内标}})$ （ W 为质量浓度， A 为峰面积），结果见表 2。

2.6 色谱峰定位 考察“2.5”项下仪器和色谱柱对相对保留时间的影响，结果见表 4，可知均无明显影响。

表 3 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响

Tab. 3 Effects of different instruments and columns on relative correction factors

仪器	色谱柱	相对校正因子(内标迷迭香酸)					
		牛蒡子苷	牛蒡子苷元	白花前胡甲素	白花前胡乙素	白花前胡 E 素	五味子醇甲
Waters 2695	Kromasil C ₁₈	1.627	1.341	1.848	0.527 0	0.841 0	0.836 5
	Shim-pack C ₁₈	1.635	1.329	1.833	0.531 9	0.827 8	0.833 2
	Hypersil ODS C ₁₈	1.607	1.351	1.848	0.511 9	0.851 0	0.808 5
Agilent 1260	Kromasil C ₁₈	1.602	1.370	1.852	0.525 5	0.849 3	0.846 8
	Shim-pack C ₁₈	1.641	1.384	1.840	0.527 9	0.860 8	0.833 0
	Hypersil ODS C ₁₈	1.638	1.373	1.860	0.523 6	0.852 6	0.822 5
	平均值	1.625	1.358	1.847	0.524 6	0.847 1	0.830 1
	RSD/%	1.02	1.55	0.51	1.30	1.14	1.58

表 4 各成分相对保留值

Tab. 4 Relative retention values of various constituents

仪器	色谱柱	其他成分相对于迷迭香酸的保留值					
		牛蒡子苷	牛蒡子苷元	白花前胡甲素	白花前胡乙素	白花前胡 E 素	五味子醇甲
Waters 2695	Kromasil C ₁₈	0.591 6	0.748 2	1.349	1.474	1.612	1.828
	Shim-pack C ₁₈	0.585 4	0.740 9	1.339	1.462	1.583	1.811
	Hypersil ODS C ₁₈	0.586 9	0.743 3	1.343	1.469	1.597	1.822
Agilent 1260	Kromasil C ₁₈	0.602 4	0.754 1	1.351	1.481	1.612	1.837
	Shim-pack C ₁₈	0.590 9	0.745 7	1.344	1.474	1.601	1.830
	Hypersil ODS C ₁₈	0.591 5	0.748 5	1.348	1.478	1.620	1.836
	平均值	0.591 4	0.746 8	1.346	1.473	1.604	1.827
	RSD/%	1.01	0.62	0.33	0.46	0.83	0.53

2.7 样品含有量测定 取 3 批胶囊，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，分别采用外标法和一测多评法计算含有量，结果见表 5，可知 2 种方法所得结果为明显差异。

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)

成分	方法	批号		
		17120812	18040311	18042111
迷迭香酸	外标法	7.16	6.10	7.48
牛蒡子苷	外标法	26.41	23.83	30.19
	一测多评法	26.18	24.57	29.76
牛蒡子苷元	外标法	11.37	10.36	12.88
	一测多评法	11.53	10.65	12.51
白花前胡甲素	外标法	14.95	13.57	17.04
	一测多评法	15.22	13.91	16.82
白花前胡乙素	外标法	3.46	3.90	2.98
	一测多评法	3.50	3.83	3.06
白花前胡 E 素	外标法	4.82	5.03	4.11
	一测多评法	4.87	4.96	4.23
五味子醇甲	外标法	6.07	6.86	5.49
	一测多评法	5.92	6.66	5.60

3 讨论与结论

本实验在探索苏黄止咳胶囊供试品溶液制备方法时，分别对提取溶剂（甲醇^[6-8,13]、50% 甲醇^[14]、75% 乙醇）、提取方式（超声提取^[6-11,13]、

回流提取^[6]）、提取时间（20、30、40 min）进行考察，以各成分提取率为指标。最终确定，供试品溶液制备方法为甲醇超声提取 30 min。
本实验建立一测多评法同时测定苏黄止咳胶囊中迷迭香酸、五味子醇甲、牛蒡子苷、牛蒡子苷元、白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡 E 素的含有量，该方法简便准确，重复性好，可有效降低检验成本，为该制剂质量标准建立和控制提供有力的数据支持。

参考文献：

[1] YBZ00172008, 国家食品药品监督管理局标准[S].
[2] 姚 琴, 丰 杰, 王 想, 等. HPLC 测定苏黄止咳胶囊中紫苏醛含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(24): 81-83.
[3] 黄亮辉, 苏 琪, 张新新, 等. 不同采收期的紫苏叶和白苏叶中迷迭香酸的含量测定[J]. 药物分析杂志, 2012, 32(10): 1753-1755.
[4] 秦红英, 周光明, 彭贵龙, 等. 高效液相色谱法测定紫苏中 5 种有机酸和黄酮的含量[J]. 食品科学, 2014, 35(14): 102-105.
[5] 张延妮, 岳宣峰, 王喆之. 反相高效液相色谱同时测定五味子中五味子醇甲, 五味子酯甲和五味子乙素的含量[J]. 分析科学学报, 2007, 23(1): 41-44.
[6] 孙艳涛, 赵兰英, 李婷婷, 等. 高效液相色谱切换波长法同时测定牛蒡子中活性成分的含量[J]. 医药导报, 2014,

33(1): 100-102.

[7] 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: 66-67, 72, 265, 338-339.

[8] 康 凯, 窦德强, 康廷国, 等. 牛蒡不同部位、牛蒡子不同产地中牛蒡苷和牛蒡苷元含量比较及指纹图谱分析[J]. 中国现代中药, 2009, 11(4): 23-26, 37.

[9] 朱汀滢, 丛海建, 赵 婷, 等. 牛蒡子中牛蒡苷测定方法的优化[J]. 中成药, 2016, 38(4): 846-850.

[10] 吴文玲, 陈佳佳, 刘守金, 等. HPLC 同时测定前胡中 3 种香豆素成分的含量[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(9):

1121-1123.

[11] 赵万晴, 戚继红. 高效液相色谱法同时测定止咳片中白花前胡甲素和白花前胡乙素含量[J]. 中国药业, 2016, 25(21): 60-63.

[12] 周 敏. HPLC 法同时测定散风宁嗽糖浆中 7 种成分[J]. 中成药, 2017, 39(11): 2301-2304.

[13] 饶君凤, 占小珺. 高效液相色谱法测定 3 种不同产地五味子中五味子醇甲含量[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(10): 2441-2442.

[14] 黄萌萌, 陈 彦, 刘聪燕, 等. 排石颗粒中 5 种指标成分和总黄酮的测定[J]. 中成药, 2017, 39(1): 85-89.

六味葛蓝降脂片 HPLC 指纹图谱建立及 5 种成分测定

周雅琪, 蒋 林*, 魏博伟, 李晓梅, 李芳婵, 随家宁, 郭勇秀
(广西中医药大学药学院, 广西南宁 530001)

摘要: **目的** 建立六味葛蓝降脂片(火麻仁、决明子、葛根等) HPLC 指纹图谱, 并测定葛根素、大豆苷、大豆苷元、橙黄决明素、大黄酚的含有量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Phenomenex Gemini C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.1% 磷酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 280 nm。**结果** 10 批样品中有 12 个共有峰, 相似度大于 0.997。5 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r>0.999\ 50$), 平均加样回收率 96.0%~102.6%, RSD 0.54%~1.7%。**结论** 该方法简便准确, 可用于六味葛蓝降脂片的质量控制。
关键词: 六味葛蓝降脂片; 指纹图谱; 葛根素; 大豆苷; 大豆苷元; 橙黄决明素; 大黄酚; HPLC
中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2019)07-1510-05
doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.07.007

Establishment of HPLC fingerprints of Liuwei Gelan Jiangzhi Tablets and determination of five constituents

ZHOU Ya-qi, JIANG Lin*, WEI Bo-wei, LI Xiao-mei, LI Fang-chan, SUI Jia-ning, GUO Yong-xiu
(College of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the HPLC fingerprints of Liuwei Gelan Jiangzhi Tablets (*Cannabis Fructus*, *Cassiae Semen*, *Puerariae lobatae Radix*, etc.) and to determine the contents of puerarin, daidzin, daidzein, auranthio-obtusin, chrysophanol. **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Phenomenex Gemini C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% phosphoric acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelength was set at 280 nm. **RESULTS** There were twelve common peaks in the fingerprints of ten batches of samples with the similarities of more than 0.997. Five constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r>$

收稿日期: 2018-10-11
基金项目: 广西科学研究与技术开发计划项目(桂科攻 14124004-2-7); 广西技术创新项目(桂工信科技[2014] 852); 南宁市青秀区科学研究与技术开发计划项目(2015S15)
作者简介: 周雅琪(1993—), 女, 硕士生, 从事药品及保健食品的新产品研发。Tel: 18947876780, E-mail: 371737143@qq.com
* **通信作者:** 蒋 林(1965—), 男, 教授级高级工程师, 从事药品及保健食品的新产品研发。Tel: 18677155109, E-mail: 2547138773@qq.com