

- 例的疗效观察[J]. 福建中医学院学报, 2008, 18(5): 5-6.
- [2] 高勇, 施光亚, 罗秋红, 等. 藿砂口服液治疗寒湿型肠易激综合征疗效观察及对结肠电节律的影响[J]. 福建中医药, 2012, 43(5): 14-16.
- [3] 施光亚, 林瑜, 陈朝元, 等. 藿砂口服液运脾止泻功效的临床研究[J]. 福建中医学院学报, 2008, 18(4): 4-6.
- [4] 郝彦雷, 施光亚, 苏婷婷, 等. 藿砂口服液对慢性非萎缩性胃炎患者胃电节律的影响[J]. 山东中医药大学学报, 2013, 37(6): 500-501.
- [5] 施光亚, 罗秋红, 何顺勇, 等. 藿砂口服液对腹泻模型小鼠的止泻作用[J]. 福建中医药大学学报, 2013, 23(1): 8-10.
- [6] 李劭, 翁淑琴, 林雄, 等. 高效液相色谱法测定藿砂口服液中茅术醇和 β -桉叶醇的含量[J]. 海峡药学, 2018, 30(2): 43-45.
- [7] 褚克丹, 郑学钦, 范德东. 藿砂合剂制备工艺及质量标准的控制[J]. 福建中医学院学报, 1995, 5(4): 23-25.
- [8] 易宇阳, 陈海明, 秦臻, 等. HPLC法测定广藿香油中广藿香酮的含量[J]. 中药新药与临床药理, 2011, 22(5): 560-562.
- [9] 陈海明, 易宇阳, 彭绍忠, 等. 高效液相色谱法测定广藿香中广藿香酮的含量[J]. 广州中医药大学学报, 2011, 28(6): 645-647.
- [10] 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: 45, 229, 240, 251.
- [11] 郭建华, 刘佳乐, 黄亮, 等. 高效液相色谱法同时测定厚朴提取物中厚朴酚和与厚朴酚[J]. 广东化工, 2014, 41(17): 181-182.
- [12] 刘晓鹏, 姜宁, 向东山, 等. 厚朴叶中厚朴酚及和厚朴酚的提取与测定[J]. 中国医院药学杂志, 2007, 27(5): 694-696.
- [13] 赵万里, 张方方, 黄小强, 等. 一测多评法测定泽泻中4种三萜类成分的含量[J]. 中国药学杂志, 2015, 50(15): 1347-1352.
- [14] 车爽, 李清, 霍艳双, 等. 波长转换 RP-HPLC法同时测定茯苓不同部位中5种三萜酸含量[J]. 药学学报, 2010, 45(4): 494-497.
- [15] 丘建芳, 林婧, 许文, 等. HPLC-DAD-ELSD测定泽泻药材中4种三萜类成分含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(2): 42-46.

一测多评法同时测定清解颗粒中3种成分

唐林¹, 肖望重¹, 黄莉¹, 雷昌², 夏新华^{3*}

(1. 湖南中医药大学第一附属医院, 湖南长沙410007; 2. 中药粉体与创新药物省部共建国家重点实验室培育基地, 湖南长沙410208; 3. 湖南中医药大学药学院, 湖南长沙410208)

摘要: 目的 建立一测多评法同时测定清解颗粒(苦杏仁、防风、石膏等)中3种成分的含有量。方法 该药物甲醇提取液的分析采用依利特 C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相甲醇-乙腈-0.1%冰醋酸, 梯度洗脱; 体积流量 1 mL/min; 检测波长 210、254 nm; 柱温 30 ℃。以苦杏仁苷为内标, 建立其他2种成分的相对校正因子, 测定含有量。结果 苦杏仁苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷分别在 37.08~1 236、22.4~748、11.88~396 μg/mL 范围内线性关系良好 ($R^2 \geq 0.9999$), 平均加样回收率 102.17%、101.12%、104.73%, RSD 1.85%、1.74%、2.12%。一测多评法所得结果与外标法接近。结论 该方法准确可靠, 可用于清解颗粒的质量控制。

关键词: 清解颗粒; 苦杏仁苷; 升麻素苷; 5-O-甲基维斯阿米醇苷; 一测多评

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)09-2052-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.09.007

Simultaneous determination of three constituents in Qingjie Granules by QAMS

TANG Lin¹, XIAO Wang-zhong¹, HUANG Li¹, LEI Chang², XIA Xin-hua^{3*}

(1. The First Hospital Affiliated to Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410007, China; 2. Key Laboratory for Chinese Material Medical

收稿日期: 2019-01-24

基金项目: 湖南中医药大学中医学国内一流建设学科(2018); 全国名老中医药专家传承工作室建设项目(国中医药人教发[2016]42)

作者简介: 唐林(1990—), 男, 硕士, 研究实习员, 从事中药制备工艺与质量标准研究。E-mail: 492150309@qq.com

* 通信作者: 夏新华(1962—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 从事中药新制剂、新剂型、新技术及制剂质量标准研究。Tel: (0731) 88458305, E-mail: xiaxinhua001@163.com

Powder and Novel Drugs Co-founded by Hunan Province and MOST, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China; 3. School of Pharmacy, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China)

ABSTRACT: AIM To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of three constituents in Qingjie Granules (*Armeniaca Semen Amarum*, *Saposhnikovia Radix*, *Gypsum Fibrosum*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 30 °C thermostatic EliteC₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of methanol-acetonitrile-0.1% glacial acetic acid flowing at 1 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 210, 254 nm. Amygdalin was used as an internal standard to calculate the relative correction factors of the other two constituents, then the content determination was made. **RESULTS** Amygdalin, prim-O-glucosylcimifugin, 4'-O-β-glucopyranosyl-5-O-methylvisamminol showed good linear relationships within the ranges of 37.08 - 1 236, 22.4 - 748, 11.88 - 396 μg/mL ($R^2 \geq 0.999 9$), whose average recoveries were 102.17%, 101.12%, 104.73% with the RSDs of 1.85%, 1.74%, 2.12%, respectively. The results obtained by QAMS approximated those obtained by external standard method. **CONCLUSION** This accurate and reliable method can be used for the quality control of Qingjie Granules.

KEY WORDS: Qingjie Granules; amygdalin; prim-O-glucosylcimifugin; 4'-O-β-glucopyranosyl-5-O-methylvisamminol; quantitative analysis of multi-components by single-marker

清解颗粒为湖南中医药大学第一附属医院的院内制剂, 临床用于治疗小儿急性支气管炎和小儿慢性支气管炎的急性发作, 疗效显著, 该制剂由生石膏、苦杏仁、防风、焦山楂等 12 味中药组成, 具有解表清热、化痰止咳的功效^[1], 苦杏仁、防风为方中君药, 其中苦杏仁苷为前者指标性成分, 升麻素苷, 5-O-甲基维斯阿米醇苷为后者指标性成分, 三者均具有明显的止咳、祛痰、平喘、抗炎、抗病毒等药理作用^[2-4]。课题组前期对清解颗粒提取工艺进行研究, 建立 HPLC 法测定指标成分含量, 但该方法操作繁琐, 成本较高^[5]。

近年来, 一测多评法在中药多指标质量评价过程中受到重视, 其优势为采用相对校正因子, 在仅使用 1 个对照品 (易得、价廉、稳定) 的情况下实现多指标成分同步测定, 成为一种适合中药特点的多指标质量评价新模式^[6], 已在丹参、黄连、金银花、人参、三七、复方丹参片、栀子金花丸等多种中药及复方制剂的多指标质量控制中得到了应用^[7-9]。因此, 本实验建立一测多评法, 以含有量最高、廉价易得的苦杏仁苷为内标, 建立其与升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷之间的相对校正因子, 探讨该方法用于清解颗粒成分含量测定的可行性, 同时也可为该制剂质量控制提供依据。

1 材料

1.1 仪器 Agilent 1260 高效液相色谱仪, 配置 DEAB806546 高压四元泵、DEAAC12853 自动进样器、DEACN13975 柱温箱、DEAAX03328DAD 检测

器、Agilent 1260 series 色谱工作站 (美国 Agilent Technologies 公司); Waters e2695 高效液相仪, 配置 Waters 2489 UV 检测器、Empower 3 色谱数据工作站 (美国 Waters 公司); Hei-Vap Advantage 型旋转蒸发仪 (德国 Heidolph 公司); AL-204 型分析天平 [梅特勒-托利多仪器 (上海) 有限公司]; SK-7200HP 超声波清洗器 (上海科导超声仪器有限公司)。

1.2 试药 白芍、柴胡等中药饮片均购自康美药业股份有限公司, 经湖南中医药大学药学院刘塔斯教授鉴定为正品, 符合 2015 年版《中国药典》项下规定。苦杏仁苷 (批号 110820-201506, 含有量 93.4%)、5-O-甲基维斯阿米醇苷 (批号 111523-201509, 含有量 95.8%)、升麻素苷 (批号 111522-201511, 含有量 94.8%) 对照品均购自中国食品药品检定研究院。甲醇、乙腈、冰醋酸为色谱纯 (德国默克公司); 其他试剂均为分析纯; 水为超纯水 (法国威立雅有限公司 Purelab Option Q15 超纯水机制备)。清解颗粒样品 (批号 20180401、20180501、20180801), 由湖南省中医药研究院中药研究所制备。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液 精密称取苦杏仁苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品适量, 置于 25 mL 量瓶中, 甲醇溶解定容, 得到贮备液 (三者质量浓度分别为 1.236、0.748、0.396 mg/mL),

于冰箱中冷藏备用。精密量取适量，加甲醇稀释，即得（每 1 mL 分别含三者 0.247、0.150、0.079 mg）。

2.1.2 供试品溶液 取颗粒 2 g，研细，精密称取适量，置于 250 mL 具塞锥形瓶中，精密加入 50 mL 甲醇，称定质量，超声（功率 250 W、频率 50 kHz）提取 30 min，放冷，甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25 mL，浓缩至干，残渣加甲醇溶解，转移至 10 mL 量瓶中，稀释至刻度，摇匀，续滤液过 0.45 μm 微孔滤膜，即得。

2.1.3 阴性样品溶液 按处方比例和制备工艺分别制备缺苦杏仁、防风的阴性样品，按“2.1.2”项下方法制备，即得。

2.2 色谱条件 依利特 C₁₈ 色谱柱（4.6 mm × 250 mm，5 μm）；流动相甲醇（A）-乙腈（B）-0.1% 冰醋酸（C），梯度洗脱，程序见表 1；体积流量 1 mL/min；检测波长 210 nm（0~20 min，苦杏仁苷）、254 nm（20~40 min，升麻素苷、5-*O*-甲基维斯阿米醇苷）；柱温 30 ℃；进样量 5 μL。在上述色谱条件下，各成分分离度良好，阴性无干扰，色谱图见图 1。

表 1 梯度洗脱程序

Tab. 1 Gradient elution programs

时间/min	A 甲醇	B 乙腈	C 0.1% 冰醋酸
0	19	0	81
20	19	0	81
24	6	16	78
40	6	25	69

2.3 方法学考察

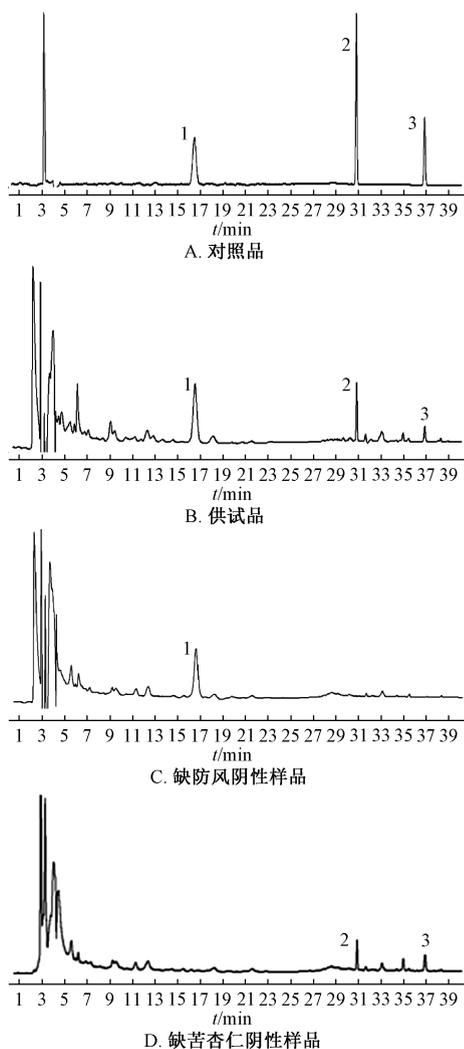
2.3.1 线性关系考察 精密量取对照品贮备液适量，按一定比例配制成 6 个质量浓度，在“2.2”项色谱条件下进样测定。以峰面积为纵坐标（Y），溶液质量浓度为横坐标（X）进行回归，结果见表 2，可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 2 各成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	R ²	线性范围/ (μg · mL ⁻¹)
苦杏仁苷	Y=4.956 1X-20.151	0.999 9	37.08~1 236
升麻素苷	Y=8.860 2X+2.330 4	1	22.4~748
5- <i>O</i> -甲基维斯阿米醇苷	Y=8.901 5X+0.682 6	1	11.88~396

2.3.2 精密度试验 精密量取供试品（批号 20180801）溶液 5 μL，在“2.2”项色谱条件下进样测定 6 次，测得苦杏仁苷、升麻素苷、5-*O*-甲基维斯阿米醇苷峰面积 RSD 分别为 0.72%、0.44%、2054



1. 苦杏仁苷 2. 升麻素苷 3. 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷

1. amygdalin 2. prim-*O*-glucosylcimifugin 3. 4'-*O*-β-glucopyranosyl-5-*O*-methylvisamminol

图 1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

0.39%，表明仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 精密量取供试品（批号 20180801）溶液 5 μL，于 0、2、4、8、12、24 h 在“2.2”项色谱条件下进样测定，测得苦杏仁苷、升麻素苷、5-*O*-甲基维斯阿米醇苷峰面积 RSD 分别为 0.77%、2.24%、2.35%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.4 重复性试验 取同一批样品（批号 20180801），按“2.1.2”项下方法制备 6 份供试品溶液，在“2.2”项色谱条件下进样测定，测得苦杏仁苷、升麻素苷、5-*O*-甲基维斯阿米醇苷含有量 RSD 分别为 2.87%、1.65%、2.10%，表明该方法重复性良好。

2.3.5 加样回收率试验 精密称取同一批样品（批

号 20180801) 约 1 g (含苦杏仁苷 7.60 mg、升麻素苷 1.22 mg、5-O-甲基维斯阿米醇苷 0.44 mg), 共 6 份, 精密加入苦杏仁苷对照品溶液 (3.259 4 g/mL) 2 mL、升麻素苷对照品溶液 (0.322 mg/mL) 4 mL、

5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品溶液 (0.35 mg/mL) 1.60 mL, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 计算回收率, 结果见表 3。

表 3 各成分加样回收率试验结果 (n=6)

Tab. 3 Results of recovery tests for various constituents (n=6)

成分	称样量/g	原有量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/% (RSD/%)
苦杏仁苷	1.064 9	8.091 2	6.518 8	14.616 8	100.07	102.17
	1.056 2	8.025 1	6.518 8	14.843 0	104.56	(1.85)
	1.062 5	8.073 0	6.518 8	14.702 1	102.70	
	1.065 1	8.092 7	6.518 8	14.850 6	103.64	
	1.034 9	7.863 3	6.518 8	14.583 7	103.06	
	1.082 5	8.225 0	6.518 8	14.748 4	97.71	
升麻素苷	1.064 9	1.304 2	1.288 0	2.561 8	98.03	101.12
	1.056 2	1.293 6	1.288 0	2.615 4	103.02	(1.74)
	1.062 5	1.301 3	1.288 0	2.615 0	102.39	
	1.065 1	1.304 5	1.288 0	2.596 4	100.69	
	1.034 9	1.267 5	1.288 0	2.574 2	101.83	
	1.082 5	1.325 8	1.288 0	2.618 7	100.78	
5-O-甲基维斯阿米醇苷	1.064 9	0.468 9	0.560 0	1.038 6	101.79	104.73
	1.056 2	0.465 1	0.560 0	1.055 7	105.52	(2.12)
	1.062 5	0.467 8	0.560 0	1.074 9	108.47	
	1.065 1	0.469 0	0.560 0	1.051 9	104.16	
	1.034 9	0.455 7	0.560 0	1.041 9	104.75	
	1.082 5	0.476 7	0.560 0	1.057 0	103.70	

2.4 相对校正因子测定 采用多点校正法。取“2.1.1”项下对照品溶液, 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 以苦杏仁苷为内标, 计算其他 2 种成分相对校正因子 $f_{k/m}$, 公式为 $f_{k/m} = \frac{f_k}{f_m} = \frac{W_k \times A_m}{W_m \times A_k}$ (A_k 为内标峰面积, W_k 为内标质量浓度, A_m 为组分 m 峰面积, W_m 为组分 m 质量浓度)^[10], 结果见表 4。

表 4 各成分相对校正因子

Tab. 4 Relative correction factors of various constituents

序号	$f_{\text{苦杏仁苷/升麻素苷}}$	$f_{\text{苦杏仁苷/5-O-甲基维斯阿米醇苷}}$
1	0.56	0.55
2	0.54	0.54
3	0.54	0.54
4	0.55	0.55
5	0.56	0.56
6	0.56	0.55
平均值	0.550	0.546
RSD/%	1.66	1.41

2.5 耐用性考察

2.5.1 不同仪器、色谱柱 取“2.1.1”项下对照品溶液, 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 考察不同仪器 (Waters e2489、Agilent 1260)、色谱柱 (依利特 C₁₈、Agilent SB-C₁₈、Agilent HC-C₁₈) 对相对校正因子的影响, 结果见表 5, 可知均无明显影响, 耐用性良好 (RSD<3.0%)。

表 5 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响

Tab. 5 Effects of different instruments and columns on relative correction factors

仪器	色谱柱	相对校正因子	
		$f_{\text{苦杏仁苷/升麻素苷}}$	$f_{\text{苦杏仁苷/5-O-甲基维斯阿米醇苷}}$
Agilent 1260	Agilent HC-C ₁₈	0.568	0.562
	Agilent SB-C ₁₈	0.558	0.552
	依利特 C ₁₈	0.551	0.547
Waters e2695	Agilent HC-C ₁₈	0.525	0.542
	Agilent SB-C ₁₈	0.548	0.541
	依利特 C ₁₈	0.538	0.517
平均值	—	0.548	0.544
RSD/%	—	2.75	2.78

2.5.2 柱温 取“2.1.1”项下对照品溶液, 在“2.2”项色谱条件下测定柱温 25、30、35、40 ℃ 时的相对校正因子, 结果见表 6, 可知均无明显影响, 重复性良好 (RSD<3.0%)。

2.5.3 色谱峰定位 以苦杏仁苷为内标, 考察其他 2 种成分相对保留时间 (待测成分与内标成分保留时间之比, t_R) 和保留时间差 (待测成分与内标成分保留时间之差, Δt), 结果见表 7, 可知以 t_R 为定位标准时, 各成分差异较大 (RSD > 3.0%); 以 Δt 为定位标准时, 各成分差异较小 (RSD<3.0%), 即可将其用于色谱峰定位。

表 6 不同柱温对相对校正因子的影响

Tab. 6 Effects of different column temperatures on relative correction factors

柱温/°C	相对校正因子		保留时间差	
	$f_{\text{苦杏仁苷/升麻素苷}}$	$f_{\text{苦杏仁苷/5-O-甲基维斯阿米醇苷}}$	$\Delta t_{\text{苦杏仁苷/升麻素苷}}$	$\Delta t_{\text{苦杏仁苷/5-O-甲基维斯阿米醇苷}}$
25	0.547	0.542	2.57	21.36
30	0.549	0.544	2.56	21.35
35	0.552	0.545	2.55	21.30
40	0.553	0.546	2.52	21.03
平均值	0.55	0.540	2.55	21.26
RSD/%	0.50	0.31	0.85	0.73

表 7 各成分相对保留值、保留时间差

Tab. 7 Relative retention values and retention time differences for various constituents

仪器	色谱柱	升麻素苷		5-O-甲基维斯阿米醇苷	
		t_R	Δt	t_R	Δt
Agilent 1260	Agilent HC-C ₁₈	2.00	15.38	2.40	21.43
	Agilent SB-C ₁₈	2.18	15.95	2.58	21.36
	依利特 C ₁₈	1.99	15.17	2.38	21.15
Waters e2695	Agilent HC-C ₁₈	2.02	15.40	2.44	21.75
	Agilent SB-C ₁₈	2.22	15.94	2.70	22.55
	依利特 C ₁₈	1.93	15.30	2.34	21.14
平均值	—	2.06	15.52	2.47	21.56
RSD/%	—	5.63	2.17	5.59	2.47

2.6 样品含有量测定 分别采用外标法和一测多评法测定 3 批样品含有量, 结果见表 8, 可知 2 种方法所得结果无明显差异。

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	苦杏仁苷		升麻素苷		相对误差/%	5-O-甲基维斯阿米醇苷		相对误差/%
	外标法	外标法	一测多评法	一测多评法		外标法	一测多评法	
20180401	6.32	0.54	0.55	0.55	1.8	0.580	0.584	0.60
20180501	5.60	0.48	0.49	0.49	2.08	0.505	0.509	0.70
20180801	8.01	1.19	1.21	1.21	1.68	0.443	0.447	0.90

注: 相对误差 = $\frac{\text{一测多评法计算值} - \text{外标法实测值}}{\text{外标法实测值}} \times 100\%$

3 讨论

本实验检测波长根据《中国药典》确定, 即苦杏仁苷为 210 nm, 升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷为 254 nm, 故采用二极管阵列检测器的波长切换功能, 具有较高的灵敏度、准确度、专属性。在选择流动相时, 比较了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-乙腈-水、甲醇-乙腈-盐 (0.1% 冰醋酸、0.1% 磷酸、0.1% 甲酸) 的洗脱效果, 发现甲醇-水洗脱苦杏仁苷分离效果较好, 乙腈-水洗脱 5-O-甲基维斯阿米醇苷分离效果较好, 而甲醇-乙腈-水洗脱各成分时基本达到基线分离, 但升麻素苷存在轻微拖尾, 故考虑在水相中加入弱酸来改善峰形拖尾, 由于甲醇-乙腈-0.1% 冰醋酸洗脱时成分分离度较好, 峰形对称, 故以其为流动相。

前期分别以苦杏仁苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷为内标, 比较其相对校正因子, 发现苦杏仁苷最稳定 (RSD < 2%), 而且较易分离获得,

对照品价格便宜, 含有量最高, 故选择其作为内标。

对于一测多评法的色谱峰定位, 主要是采用相对保留时间^[11-12]。但本实验所测成分的相对保留时间在不同色谱柱中明显不同, 可能是因为它们与内标色谱峰保留时间的差异较大^[13-14], 故选择保留时间差进行定位。

参考文献:

[1] 黄莉, 夏新华, 谭喜平. SPE-HPLC 法同时测定荆防小儿止咳口服液中升麻素苷和连翘苷[J]. 中成药, 2014, 36(6): 1203-1208.

[2] 李露, 戴婷, 李小龙, 等. 苦杏仁苷药理作用的研究进展[J]. 吉林医药学院学报, 2016, 37(1): 63-66.

[3] 陈娜. 升麻素苷抗炎及抗小鼠肺损伤作用的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2014.

[4] 戴锦娜. 防风药效物质基础和化学成分药代动力学研究[D]. 沈阳: 沈阳药科大学, 2009.

- [5] 唐林, 彭颖, 雷昌, 等. 基于信息熵理论正交试验优选荆防小儿口服液提取工艺[J]. 中国中医药信息杂志, 2018, 25(10): 91-95.
- [6] 赵玉娇, 梁国锐, 宫文霞, 等. 白术中3种内酯成分一测多评方法的建立[J]. 中国药学杂志, 2018, 53(7): 499-503.
- [7] 刘小妹, 程中琴, 施崇精, 等. 一测多评法同时测定人参中人参皂苷 Rb1、Rg1、Re、Rc、Rb₂、Rd [J]. 中草药, 2018, 49(6): 1413-1417.
- [8] 王信, 王徽, 杨飞, 等. 天麻中6种天麻素类成分一测多评分析法的建立[J]. 中草药, 2018, 49(3): 694-699.
- [9] 梁乙川, 郭换, 刘素娟, 等. 一测多评法测定川芎中7种成分含量[J]. 中药材, 2018, 41(1): 140-143.
- [10] 陆兔林, 石上梅, 蔡宝昌, 等. 基于一测多评的中药多成分定量研究进展[J]. 中草药, 2012, 43(12): 2525-2529.
- [11] 邵金鑫, 林龙飞, 刘宇灵, 等. 采用一测多评法同时测定人参-柴胡药对及其制剂中5种皂苷成分[J]. 中草药, 2018, 49(12): 2873-2877.
- [12] 高森, 白雪, 文柳静, 等. 基于一测多评法桂芍镇痛片中8种成分定量质量控制研究[J]. 中草药, 2018, 49(12): 2883-2889.
- [13] 倪力军, 丁璐, 张立国, 等. 一测多评法测定洋常春藤及其提取物中4个主要皂苷类成分[J]. 药物分析杂志, 2018, 38(6): 986-996.
- [14] 李丹, 李会军, 高雯, 等. 一测多评法测定山银花提取物中6种绿原酸类成分[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(12): 2305-2310.

复方感冒灵颗粒 HPLC 指纹图谱建立及化学成分鉴定

陈丹¹, 李柯^{2*}, 符国成³, 侯茜², 沈冰冰², 龚小兵³, 李若存²

[1. 湘潭医卫职业技术学院, 湖南湘潭 411102; 2. 湖南省中医药研究院, 湖南长沙 410013; 3. 华润三九(郴州)制药有限公司, 湖南郴州 423000]

摘要: 目的 建立复方感冒灵颗粒(山银花、五指柑、对乙酰氨基酚等) HPLC 指纹图谱, 并鉴定其化学成分。方法 该药物 50% 甲醇提取液的分析采用 Kromasil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.1% 甲酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 290 nm; 柱温 30 ℃。然后, 通过 HPLC-Q-TOF-MS/MS 法进行定性鉴定。结果 10 批样品指纹图谱中有 11 个共有峰, 相似度大于 0.9。颗粒中鉴定出 17 种化学成分, 分别为奎尼酸、丁香酸、对乙酰氨基酚、原儿茶酸、新绿原酸、绿原酸、咖啡因、隐绿原酸、松柏醛、咖啡酸、二咖啡酰奎尼酸、断氧化马钱子苷、毛冬青酸、异绿原酸 B、异绿原酸 A、异绿原酸 C、蒙花苷。结论 该方法稳定可靠, 可用于复方感冒灵颗粒的质量评价。

关键词: 复方感冒灵颗粒; HPLC 指纹图谱; 化学成分; HPLC-Q-TOF-MS/MS

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)09-2057-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.09.008

Establishment of HPLC fingerprints and identification of chemical constituents of Compound Ganmaoling Granules

CHEN Dan¹, LI Ke^{2*}, FU Guo-cheng³, HOU Xi², SHEN Bing-bing², GONG Xiao-bing³, LI Ruo-cun²

[1. Xiangtan Medicine and Health Vocational College, Xiangtan 411102, China; 2. Hunan Provincial Academy of Traditional Chinese Medicine, Changsha 410013, China; 3. Huarun 39 (Chenzhou) Pharmaceutical Co., Ltd., Chenzhou 423000, China]

KEY WORDS: Compound Ganmaoling Granules; HPLC fingerprints; chemical constituents; HPLC-Q-TOF-MS/MS

复方感冒灵颗粒由山银花、五指柑、野菊花、三叉苦、南板蓝根、岗梅 6 味中药, 以及对乙酰氨基酚、咖啡因、马来酸氯苯那敏 3 种西药组成的中西药复方制剂, 用于治疗风热感冒及温病之发热、

基酚、咖啡因、马来酸氯苯那敏 3 种西药组成的中西药复方制剂, 用于治疗风热感冒及温病之发热、

收稿日期: 2018-12-07

基金项目: 郴州市科技局科技计划项目 (czgx201512); “大众创业万众创新” 示范专项投资计划 (湘发改投资 [2018] 236)

作者简介: 陈丹 (1982—), 女, 硕士, 副教授, 从事中药制剂开发及中药质量标准研究。E-mail: 252916321@qq.com

* 通信作者: 李柯 (1980—), 男, 硕士, 副研究员, 从事中药新药工艺与质量控制研究。E-mail: 17848689@qq.com