

- [12] 刘 冲, 刘荫贞, 乐智勇, 等. 桂枝饮片标准汤剂质量标准研究[J]. 中草药, 2017, 48(8): 1577-1583.

[13] 张 静, 李壮壮, 杜宝香, 等. HPLC 法同时测定柴胡桂枝汤中 6 种成分[J]. 中成药, 2018, 40(10): 2202-2205.
- [14] 周雅琪, 蒋 林, 魏博伟, 等. 六味葛蓝降脂片 HPLC 指纹图谱建立及 5 种成分测定[J]. 中成药, 2019, 41(7): 1510-1514.

一测多评法同时测定宽中顺气丸中 8 种成分

骆 航, 李华生, 王文渊
(永州职业技术学院医学院, 湖南 永州 425100)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定宽中顺气丸(香附、陈皮、莪术等)中橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、 α -香附酮的含有量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Agilent TC-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相乙腈-0.1% 冰醋酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 检测波长 214、242、326 nm; 柱温 25 $^{\circ}$ C。以吉马酮为内标, 建立其他 7 种成分相对校正因子, 测定含有量。**结果** 8 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r\geq 0.999\ 2$), 平均加样回收率为 96.93%~100.00%, RSD 为 0.81%~1.63%。一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法简便准确, 可用于宽中顺气丸的质量控制。

关键词: 宽中顺气丸; 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(2020)04-0857-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.04.007

Simultaneous determination of eight constituents in Kuanzhong Shunqi Pills by QAMS

LUO Hang, LI Hua-sheng, WANG Wen-yuan
(College of Medicine, Yongzhou Vocational and Technical College, Yongzhou 425100, China)

ABSTRACT: AIM To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of hesperidin, nobiletin, tangeretin, curdione, curcumol, germacrone, cyperotundone and α -cyperone in Kuanzhong Shunqi Pills (*Cyperi Rhizoma*, *Citri reticulatae Pericarpium*, *Curcumae Rhizoma*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 25 $^{\circ}$ C thermostatic Agilent TC-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μ m), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% glacial acetic acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 214, 242, 326 nm. Germacrone was used as an internal standard to calculate the relative correction factors of the other seven constituents, after which the content determination was made. **RESULTS** Eight constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r\geq 0.999\ 2$), whose average recoveries were 96.93%–100.00% with the RSDs of 0.81%–1.63%. The results obtained by QAMS approximated those obtained by external standard method. **CONCLUSION** This simple and accurate method can be used for the quality control of Kuanzhong Shunqi Pills.

KEY WORDS: Kuanzhong Shunqi Pills; chemical constituents; quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS)

宽中顺气丸由香附（醋炙）、陈皮、莪术（醋炙）、三棱（麸炒）、木香、五灵脂（醋炙）、猪牙皂、黄芩、牵牛子、大黄、滑石 11 味药材组成，临床上主要用于气血郁滞、停食停水引起的胸膈痞满、膨闷胀饱、不欲饮食、脘腹胀痛、大便秘结等病症的治疗^[1]。方中香附（醋炙）疏肝解郁，理气宽中，为君药；辅以木香、陈皮行气燥湿，健脾消食；五灵脂（醋炙）活血化瘀；莪术（醋炙）、三棱（麸炒）破血行气，消积止痛；猪牙皂开窍散结；黄芩、大黄清热燥湿，泻下攻积；牵牛子、滑石利尿通淋，泻水通便，引药下行，诸药合用，共奏顺气宽胸、消积化滞之功效^[2]。

中药及其制剂组成复杂，通过多成分、多靶点协同作用而达到治疗效果，单一成分检测难以全面评价其整体质量，多指标成分评价模式已逐步应用于相关质量控制中，但传统方法存在消耗大、检验成本高、部分对照品质量不稳定并难以获得等诸多不足。一测多评法利用中药有效成分间存在的内在函数关系，建立内标与其他成分之间的相对校正因子，仅使用 1 种质量稳定、易于获得、价格低廉的对照品，实现对中药及其制剂中多指标成分含有量的同时测定，正成为质量评价新模式。本实验选择宽中顺气丸中君药香附（醋炙）所含香附烯酮、 α -香附酮，臣药陈皮所含橙皮苷、川陈皮素、桔皮素，佐药莪术（醋炙）所含莪术二酮、莪术醇、吉马酮作为指标成分，建立一测多评法同时测定这 8 种成分含有量，以期为完善和提高该制剂质量标准提供数据支持。

1 材料

Agilent 1100 型、Waters 2690 型高效液相色谱仪（美国 Waters 公司）；BP211DAG 型电子天平（德国 Sartorius 公司）。吉马酮（批号 111665-201605，纯度 99.8%）、莪术二酮（批号 111800-201302，纯度 99.8%）、橙皮苷（批号 110721-201818，纯度 96.2%）、莪术醇（批号 100185-201007，纯度 99.9%）、 α -香附酮（批号 110748-201815，纯度 99.7%）对照品均购自中国食品药品检定研究院；桔皮素对照品（批号 PRF8063048，纯度 98.7%）购自成都普思生物科技股份有限公司；川陈皮素（批号 18030541，纯度 99.9%）、香附烯酮（批号 18051522，纯度 95.5%）对照品均购自上海同田生物技术股份有限公司；木香、陈皮、香附（醋炙）、三棱（麸炒）、莪术（醋炙）、五灵脂（醋炙）、猪牙皂、黄芩、

牵牛子、大黄、滑石均购自永州市永懿中药饮片有限公司，经永州职业技术学院医学院王文渊教授鉴定为正品，按各药材质量标准检验均符合规定。宽中顺气丸（每 100 粒重 6 g，批号 18080001、18080016、19010024）来源于北京同仁堂股份有限公司同仁堂制药厂。乙腈为色谱纯；其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液 精密称取橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、 α -香附酮对照品适量，甲醇制成质量浓度分别为 0.914、0.198、0.172、0.318、0.206、0.188、1.352、0.474 mg/mL 的贮备液，各精密吸取 2.5 mL 置于 50 mL 量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，即得（橙皮苷 45.7 μ g/mL、川陈皮素 9.9 μ g/mL、桔皮素 8.6 μ g/mL、莪术二酮 15.9 μ g/mL、莪术醇 10.3 μ g/mL、吉马酮 9.4 μ g/mL、香附烯酮 67.6 μ g/mL、 α -香附酮 23.7 μ g/mL）。

2.1.2 供试品溶液 取丸剂适量，研细，精密称取 2.0 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入 25 mL 甲醇，称定质量，加热回流提取 60 min，放冷，甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，即得。

2.1.3 阴性样品溶液 按处方比例和工艺，分别制备缺陈皮、缺莪术、缺香附的阴性样品，按“2.1.3”项下方法制备，即得。

2.2 色谱条件及系统适用性试验 Agilent TC-C₁₈ 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μ m）；流动相乙腈（A）-0.1%冰醋酸（B），梯度洗脱，程序见表 1；体积流量 1.0 mL/min；检测波长 326 nm（0~27.0 min，橙皮苷、川陈皮素、桔皮素）^[3-5]、214 nm（27.0~45.0 min，莪术二酮、莪术醇、吉马酮）^[6-9]、242 nm（45.0~70.0 min，香附烯酮、 α -香附酮）^[10-11]；柱温 25 $^{\circ}$ C；进样量 10 μ L。取对照品、供试品、阴性样品溶液适量，在上述色谱条件下进样测定，结果见图 1，可知各成分与相邻色谱峰均能达到有效分离，分离度均大于 1.5，理论塔板数按照各成分色谱峰计均不低于 5 000，阴性无干扰。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系考察 精密量取“2.1.1”项下对照品贮备液适量，甲醇制成 25 倍质量浓度差的 6 个对照品溶液，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

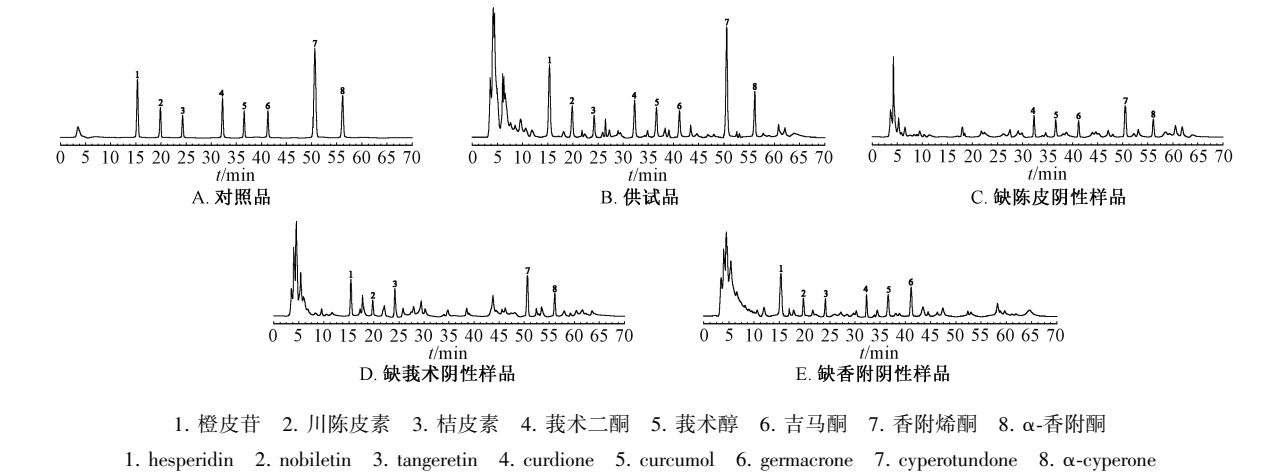


图 1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

表 1 梯度洗脱程序		
Tab. 1 Gradient elution programs		
时间/min	A 乙腈/%	B 0.1% 冰醋酸/%
0~11.0	30.0	70.0
11.0~27.0	30.0~47.0	70.0~53.0
27.0~45.0	47.0~61.0	53.0~39.0
45.0~59.0	61.0~72.0	39.0~28.0
59.0~70.0	72.0~30.0	28.0~70.0

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	线性范围/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
橙皮苷	$Y=1.0624\times10^6X+1004.3$	0.9994	4.57~114.25
川陈皮素	$Y=1.3556\times10^6X-482.9$	0.9995	0.99~24.75
桔皮素	$Y=8.3319\times10^5X+768.0$	0.9992	0.86~21.50
莪术二酮	$Y=1.2248\times10^6X+973.7$	0.9994	1.59~39.75
莪术醇	$Y=1.1302\times10^6X-858.9$	0.9996	1.03~25.75
吉马酮	$Y=9.2846\times10^5X+1060.1$	0.9995	0.94~23.50
香附烯酮	$Y=1.3896\times10^6X-717.2$	0.9996	6.76~169.00
α-香附酮	$Y=1.0197\times10^5X-33.6$	0.9993	2.37~59.25

2.3.2 精密度试验 精密吸取“2.1.1”项下对照品溶液适量, 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 测得橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、α-香附酮峰面积 RSD 分别为 0.66%、0.94%、1.15%、1.02%、1.05%、1.23%、0.58%、0.72%, 表明仪器精密度良好。

2.3.3 重复性试验 取同一批丸剂, 按“2.1.2”项下方法平行制备 6 份供试品溶液, 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 测得橙皮苷、川陈皮素、桔

皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、α-香附酮含有量 RSD 分别为 1.01%、0.67%、1.35%、1.29%、1.46%、1.78%、0.92%、1.17%, 表明该方法重复性良好。

2.3.4 稳定性试验 取同一份供试品溶液, 于 0、2、4、6、8、12 h 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 测得橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、α-香附酮峰面积 RSD 分别为 0.59%、1.02%、1.18%、1.05%、1.12%、1.27%、0.53%、0.69%, 表明溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.3.5 加样回收率试验 取同一批各成分含有量已知的丸剂适量, 研细, 精密称取 9 份, 每份 1.0 g, 随机分成 3 组, 每组 3 份, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入对照品溶液 (橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、α-香附酮质量浓度分别为 0.678、0.144、0.098、0.182、0.136、0.112、0.938、0.322 mg/mL) 0.5、1.0、1.5 mL, 使目标成分加入量分别约为样品原有量的 50%、100%、150%, 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, 橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、α-香附酮平均加样回收率 (RSD) 分别为 98.32% (1.32%)、97.87% (1.63%)、96.93% (1.20%)、98.87% (0.99%)、98.52% (0.81%)、99.74% (0.97%)、100.00% (1.03%)、99.03% (1.11%)。

2.4 相对校正因子测定 取“2.3.1”项下对照品溶液适量, 在“2.2”项色谱条件下进样测定, 以吉马酮为内标, 测定其他 7 种成分相对校正因子

$f_{k/m}$, 公式为 $f_{k/m}=f_k/f_m=(W_k\times A_m)/(W_m\times A_k)$ 成分含有量, A_m 为待测成分峰面积), 结果见
(W_k 为内标含有量, A_k 为内标峰面积, W_m 为待测 表 3。

表 3 各成分相对校正因子

Tab. 3 Relative correction factors of various constituents

对照品溶液	相对校正因子(内标吉马酮)						
	橙皮苷	川陈皮素	桔皮素	莪术二酮	莪术醇	香附烯酮	α-香附酮
1	0.887 9	0.672 5	1.140 4	0.766 1	0.833 8	0.673 1	0.910 5
2	0.894 4	0.684 1	1.122 4	0.775 9	0.801 5	0.672 9	0.916 7
3	0.878 9	0.707 4	1.139 7	0.761 5	0.828 3	0.660 4	0.941 8
4	0.876 6	0.684 5	1.142 0	0.759 5	0.815 2	0.657 8	0.936 5
5	0.872 5	0.690 8	1.088 7	0.756 0	0.841 3	0.682 6	0.898 5
6	0.874 4	0.685 2	1.115 2	0.758 4	0.821 7	0.668 1	0.911 4
平均值	0.880 8	0.687 4	1.124 7	0.762 9	0.823 6	0.669 2	0.919 2
RSD/%	0.98	1.67	1.85	0.94	1.72	1.36	1.82

2.5 耐用性考察 以及 Agilent TC-C₁₈、Diamonsil C₁₈、Phenomenex C₁₈ 色
2.5.1 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影 谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 对相对校正因子的影
响 本实验考察了 Waters 2690、Agilent 1100 色谱仪, 响, 结果见表 4, 可知均无明显影响 (RSD<2.0%)。

表 4 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响

Tab. 4 Effects of different instruments and columns on relative correction factors

仪器	色谱柱	相对校正因子(内标吉马酮)						
		橙皮苷	川陈皮素	桔皮素	莪术二酮	莪术醇	香附烯酮	α-香附酮
Agilent 1100	Agilent TC-C ₁₈	0.881 3	0.688 7	1.125 2	0.763 7	0.824 1	0.669 6	0.919 8
	Diamonsil C ₁₈	0.896 5	0.702 8	1.147 7	0.780 1	0.839 9	0.680 5	0.942 6
	Phenomenex C ₁₈	0.875 0	0.676 3	1.091 6	0.759 4	0.818 7	0.654 3	0.906 7
Waters 2690	Agilent TC-C ₁₈	0.887 5	0.689 2	1.129 1	0.767 4	0.850 2	0.673 9	0.921 5
	Diamonsil C ₁₈	0.900 1	0.695 7	1.133 9	0.771 5	0.833 6	0.671 8	0.922 5
	Phenomenex C ₁₈	0.879 9	0.672 9	1.111 1	0.763 5	0.819 5	0.659 6	0.894 6
平均值	—	0.886 7	0.687 6	1.123 1	0.767 6	0.831 5	0.668 3	0.917 9
RSD/%	—	1.11	1.65	1.74	0.96	1.62	1.44	1.77

2.5.2 不同体积流量对相对校正因子的影响 本 1.2 mL/min) 对相对校正因子的影响, 结果见表
实验考察了不同体积流量 (0.8、0.9、1.0、1.1、 5, 可知均无明显影响 (RSD<2.0%)。

表 5 不同体积流量对相对校正因子的影响

Tab. 5 Effects of different volumetric flow rates on relative correction factors

体积流量/(mL·min ⁻¹)	相对校正因子(内标吉马酮)						
	橙皮苷	川陈皮素	桔皮素	莪术二酮	莪术醇	香附烯酮	α-香附酮
0.8	0.878 2	0.685 5	1.122 7	0.760 1	0.821 5	0.667 0	0.916 8
0.9	0.881 9	0.693 3	1.135 6	0.778 4	0.834 7	0.670 9	0.925 9
1.0	0.880 6	0.689 1	1.126 9	0.766 0	0.827 5	0.669 8	0.920 0
1.1	0.873 5	0.676 7	1.118 0	0.757 5	0.819 2	0.653 2	0.907 8
1.2	0.871 6	0.672 8	1.109 5	0.751 8	0.816 3	0.650 7	0.905 1
平均值	0.877 2	0.683 5	1.122 5	0.762 8	0.823 8	0.662 3	0.915 1
RSD/%	0.51	1.25	0.87	1.33	0.89	1.45	0.94

2.5.3 不同柱温对相对校正因子的影响 本实验 对其他成分色谱峰进行定位, 考察了“2.5.1”项
考察了不同柱温 (20、22、25、27、30 ℃) 对相 下仪器、色谱柱对相对保留时间的影响, 结果见表
对校正因子的影响, 结果见表 6, 可知均无明显影 7, 可知均无明显影响 (RSD<2.0%)。

2.6 色谱峰定位 本实验以吉马酮为内标, 采用 2.7 样品含有量测定 取 3 批丸剂, 按“2.1.3”
相对保留时间法 (待测成分与内标保留时间之比) 项下方法平行制备 3 份供试品溶液, 在“2.2”项
色谱条件下进样测定, 分别采用外标法和一测多评

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/℃	相对校正因子(内标吉马酮)						
	橙皮苷	川陈皮素	桔皮素	莪术二酮	莪术醇	香附烯酮	α-香附酮
20	0.881 9	0.678 3	1.112 7	0.756 9	0.823 6	0.652 7	0.912 2
22	0.885 7	0.686 1	1.121 1	0.764 3	0.830 5	0.668 9	0.917 9
25	0.887 1	0.685 9	1.121 9	0.765 2	0.830 1	0.665 7	0.919 5
27	0.886 4	0.686 7	1.123 5	0.760 1	0.832 7	0.660 3	0.918 7
30	0.890 2	0.695 2	1.122 9	0.778 1	0.829 5	0.673 1	0.925 4
平均值	0.886 3	0.686 4	1.120 4	0.764 9	0.829 3	0.664 1	0.918 7
RSD/%	0.34	0.87	0.39	1.06	0.41	1.19	0.51

表 7 不同仪器、色谱柱对相对保留时间的影响

Tab. 7 Effects of different instruments and columns on relative retention time

仪器	色谱柱	相对保留时间(内标吉马酮)						
		橙皮苷	川陈皮素	桔皮素	莪术二酮	莪术醇	香附烯酮	α-香附酮
Agilent 1100	Agilent TC-C ₁₈	0.370 8	0.480 2	0.588 1	0.780 5	0.885 9	1.225 3	1.359 7
	Diamonsil C ₁₈	0.369 1	0.473 9	0.584 3	0.778 6	0.878 3	1.220 7	1.356 4
	Phenomenex C ₁₈	0.375 7	0.486 4	0.591 7	0.784 2	0.889 6	1.227 5	1.362 8
Waters 2690	Agilent TC-C ₁₈	0.372 6	0.481 9	0.589 2	0.782 6	0.887 1	1.226 9	1.361 5
	Diamonsil C ₁₈	0.370 1	0.478 3	0.586 9	0.781 1	0.884 5	1.223 4	1.358 6
	Phenomenex C ₁₈	0.379 2	0.489 1	0.593 2	0.789 3	0.895 6	1.234 2	1.365 9
平均值	—	0.372 9	0.481 6	0.588 9	0.782 7	0.886 8	1.226 3	1.360 8
RSD/%	—	1.03	1.14	0.55	0.48	0.65	0.37	0.25

法计算含有量，结果见表 8，可知 2 种方法所得结果接近 [相对平均偏差 (RAD) <2.0%]。

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)

成分	18080001			18080016			19010024		
	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/%
吉马酮	0.114	—	—	0.122	—	—	0.106	—	—
橙皮苷	0.679	0.686	0.51	0.615	0.627	0.97	0.714	0.698	1.13
川陈皮素	0.142	0.145	1.05	0.129	0.131	0.77	0.160	0.156	1.27
桔皮素	0.098	0.096	1.03	0.111	0.109	0.91	0.085	0.083	1.19
莪术二酮	0.181	0.185	1.09	0.205	0.201	0.99	0.156	0.157	0.32
莪术醇	0.137	0.136	0.37	0.126	0.123	1.20	0.150	0.146	1.35
香附烯酮	0.936	0.921	0.81	1.017	1.029	0.59	0.848	0.856	0.47
α-香附酮	0.322	0.328	0.92	0.352	0.347	0.72	0.291	0.296	0.85

3 讨论

3.1 色谱峰定位方法确定 本实验曾采用保留时间差法对宽中顺气丸中各成分进行定位，但发现不同仪器、色谱柱下其保留时间差差异较大，难以对色谱峰进行准确定位；相对保留时间值法所得结果稳定，不同条件下其 RSD 均小于 2.0%，故最终确定采用该方法进行色谱峰。

3.2 流动相确定 本实验考察了乙腈-水^[6]、乙腈-0.1% 甲酸、乙腈-0.1% 磷酸^[8]、乙腈-0.1% 冰醋酸^[3-5,12]、甲醇-水^[7,10-11,13-14]流动相体系，考察各成分峰形、分离度、色谱峰基线平稳情况，发现乙腈-0.1% 冰醋酸洗脱时综合效果最佳，再对其不断进行改进优化，最终确定其作为流动相，此时各成分

分色谱图基线平稳，峰形对称，分离度符合规定。

4 结论

本实验首次建立一测多评法同时测定宽中顺气丸中橙皮苷、川陈皮素、桔皮素、莪术二酮、莪术醇、吉马酮、香附烯酮、α-香附酮的含有量，再通过方法学考察、相对校正因子耐用性试验、色谱峰定位、与外标法结果比较来验证其可行性。结果表明，该方法操作简便，结果准确，重复性好，可用于宽中顺气丸质量控制，为全面评价该制剂质量提供参考依据。

参考文献：

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准 (中药成方制剂第十二册) [S]. 1997: 166.

[2]

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: 191; 258; 274-275.

[3]

杨秀梅, 王 瑾, 黄勤挽, 等. “一测多评”法测定陈皮中 3 种黄酮类成分[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20 (11): 45-49.

[4]

魏 莹, 李文东, 杨武亮. HPLC 法测定不同贮存年限广陈皮药材中主要活性成分的含量[J]. 中国药房, 2016, 27(15): 2131-2134.

[5]

宋玉鹏, 陈海芳, 谭舒舒, 等. 不同陈皮来源药材中橙皮苷、川陈皮素、橘皮素和辛弗林的含量比较[J]. 时珍国医国药, 2017, 28(9): 2061-2064.

[6]

毛春芹, 陆兔林, 姜国非, 等. HPLC 法测定不同主产地莪术饮片中莪术二酮、莪术醇、吉马酮和 β -榄香烯[J]. 中草药, 2013, 44(3): 305-308.

[7]

何 欢, 马双成, 张启明, 等. HPLC 替代对照品法同时测定莪术油及其注射液中 6 种成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(11): 1892-1899.

[8]

任 明, 李九席. RP-HPLC 同时测定莪术中莪术二酮、莪术醇、吉马酮、莪术烯、呋喃二烯和 β -榄香烯的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(21): 155-158.

[9]

顾丽亚, 胡 玮, 陆兔林, 等. 基于多元统计分析的不同产地莪术饮片质量评价[J]. 中成药, 2019, 41 (3): 590-595.

[10]

卢君蓉, 李文兵, 王世宇, 等. 香附醋制前后香附烯酮、圆柚酮和 α -香附酮的含量比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(20): 24-27.

[11]

王世宇, 李文兵, 卢君蓉, 等. HPLC 法同时测定不同产地香附药材中香附烯酮、圆柚酮和 α -香附酮[J]. 中成药, 2015, 37(3): 588-591.

[12]

涂奇军, 徐 玲, 聂 晶, 等. 蛇胆陈皮制剂中陈皮 UPLC 指纹图谱[J]. 中成药, 2018, 40(10): 2233-2237.

[13]

王雪婷, 王 磊, 宋德成, 等. 不同产地香附中 α -香附酮含量测定[J]. 天津科技, 2013, 40(1): 28-29.

[14]

袁 芮, 张 超, 苏 彤, 等. 香附和醋香附 HPLC 特征图谱及多元统计分析[J]. 中成药, 2019, 41 (8): 1991-1994.

HPLC 法同时测定小儿香橘丸中 4 种成分

杨 璐^{1,2}, 王丽琼³, 税丕先^{1*}

(1. 西南医科大学药学院, 四川 泸州 646000; 2. 乐山市食品药品监督管理局稽查支队, 四川 乐山 614000; 3. 乐山市食品药品检验检测中心, 四川 乐山 614000)

摘要: **目的** 建立 HPLC 法同时测定小儿香橘丸(陈皮、枳实、厚朴等)中 4 种成分的含有量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Welch Ultimate C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相甲醇-0.3% 磷酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 $^{\circ}$ C; 检测波长 250、284、290 nm。**结果** 橙皮苷、和厚朴酚、厚朴酚、 α -香附酮分别在 12.79~511.63 μ g/mL ($r=0.999\ 8$)、2.61~104.54 μ g/mL ($r=1.000\ 0$)、5.75~229.85 μ g/mL ($r=0.999\ 9$)、0.80~40.08 μ g/mL ($r=0.999\ 9$) 范围内线性关系良好, 平均加样回收率分别为 99.7% (RSD=1.7%)、98.9% (RSD=1.4%)、99.1% (RSD=1.8%)、98.9% (RSD=0.7%)。**结论** 该方法简便、快速、准确, 可用于小儿香橘丸的质量控制。

关键词: 小儿香橘丸; 橙皮苷; 和厚朴酚; 厚朴酚; α -香附酮; HPLC

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2020)04-0862-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.04.008

Simultaneous determination of four constituents in Xiao’er Xiangju Pills by HPLC

YANG Lu^{1,2}, WANG Li-qiong³, SHUI Pi-xian^{1*}

(1. College of Pharmacy, Southwest Medical University, Luzhou 646000, China; 2. Leshan Municipal Depachment for Food and Drug Supervision and Inspection, Leshan 614000, China; 3. Leshan Municipal Center for Food and Drug Inspection, Leshan 614000, China)

ABSTRACT: AIM To establish an HPLC method for the simultaneous content determination of four constituents

收稿日期: 2019-11-12

作者简介: 杨 璐(1989—), 女, 中药师, 从事药品监管稽查工作。Tel: 18090390162, E-mail: 475124846@qq.com

* 通信作者: 税丕先(1967—), 男, 教授, 硕士生导师, 从事道地药材研究。E-mail: spx6702@163.com