

[质 量]

一测多评法同时测定朴沉化郁丸中 9 种成分

蔡 林, 李 毅*

(川北医学院, 四川 南充 637000)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定朴沉化郁丸(厚朴、陈皮、香附等)中柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、 α -香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱的含有量。**方法** 该药物 70% 乙醇提取液的分析采用 Waters Xbridge 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 0.9 mL/min; 检测波长 242、280、300 nm; 柱温 30 $^{\circ}$ C。以延胡索乙素为内标, 计算其他 8 种成分的相对校正因子, 测定其含有量。**结果** 9 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r>0.999\ 0$), 平均加样回收率为 96.99%~99.91%, RSD 为 0.67%~1.62%。一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法简便稳定, 可用于朴沉化郁丸的质量控制。

关键词: 朴沉化郁丸; 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)06-1421-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.06.005

Simultaneous determination of nine constituents in Pochen Huayu Pills by QAMS

CAI Lin, LI Yi*

(North Sichuan Medical College, Nanchong 637000, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of narirutin, hesperidin, nobiletin, 3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-heptem-thoxyflavone, α -cyperone, tetrahydropalmatine, dehydrocorydaline, corydaline and tetrahydroberberine in Pochen Huayu Pills (*Magnoliae officinalis Cortex*, *Citri reticulatae Pericarpium*, *Cyperi Rhizoma*, etc.). **METHODS** The analysis of 70% ethanol extract of this drug was performed on a 30 $^{\circ}$ C thermostatic Waters Xbridge C₁₈ column (250 mm×4.6 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 242, 280, 300 nm. Tetrahydropalmatine was used as an internal standard to calculate the relative correction factors of the other eight constituents, after which the content determination was made. **RESULTS** Nine constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r>0.999\ 0$), whose average recoveries were 96.99%–99.91% with the RSDs of 0.67%–1.62%. The results obtained by QAMS approximated those obtained by external standard method. **CONCLUSION** This simple and stable method can be used for the quality control of Pochen Huayu Pills.

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

朴沉化郁丸收载于 2015 年版《中国药典》一部, 由厚朴(姜制)、陈皮、香附(醋制)、延胡索(醋制)、枳壳(麸炒)、檀香等 18 味药材加工而成, 具有舒肝化郁、开胃消食的功效, 临床上用于治疗胸腹胀满、消化不良、呕吐恶心、停食停水、气滞闷郁、胃脘刺痛等病症^[1]。

收稿日期: 2019-09-28

基金项目: 四川省教育厅重点项目 (15ZA0212)

作者简介: 蔡 林 (1974—), 男, 硕士, 副教授, 从事中医理论及临床应用研究工作。Tel: 13890713893

* 通信作者: 李 毅 (1970—), 男, 硕士, 主任中药师, 从事药物检验分析、中药理论及应用等药学教研工作。Tel: 13990718050, E-mail: liyi90718050@163.com

中成药复方制剂由多味中药材加工而成，每味均含有多种成分，临床作用机制较为复杂，导致其质量控制研究面临诸多困难。当前，大部分中成药复方制剂采用单一指标控制模式，难以全面反映其品质；多指标控制模式近年来已逐步应用于相关质量控制中，但存在对照品不易获得、使用量大、检验成本高等诸多不足。一测多评法利用中药所含各成分之间存在的内在函数关系，通过测定 1 种对照品稳定易得、价格低廉的成分，建立相对校正因子来计算其他成分含有量，以实现多种成分同时定量测定，可大大降低成本。因此，本实验采用该方法同时测定朴沉化郁丸中柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、 α -香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱的含有量，不仅可全面控制产品质量，而且解决了对照品难以获得、价格昂贵的问题，从而实现该制剂多指标质量评价模式。

1 材料

Waters e2695 型高效液相色谱仪购自美国 Waters 公司；Agilent 1100 型高效液相色谱仪购自美国 Agilent 公司；AB135-S 型电子天平购自梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司；CY-5000 型超声波清洗器购自宁波新芝生物科技股份有限公司。

橙皮苷（批号 110721-201818，纯度 96.2%）、 α -香附酮（批号 110748-201815，纯度 99.7%）、延胡索乙素（批号 110726-201819，纯度 99.8%）对照品均购于中国食品药品检定研究院；川陈皮素（批号 15032717，纯度 98.3%）、柚皮芸香苷（批号 14090302，纯度 99.5%）、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮（批号 15042302，纯度 99.5%）、四氢小檗碱（批号 PRF8050941，纯度 98.8%）对照品均购于成都普瑞法科技开发有限公司；紫堇碱（批号 17110821，纯度 99.6%）、去氢紫堇碱（批号 16040732，纯度 98.8%）对照品均购于上海同田生物技术股份有限公司。厚朴（姜制）、陈皮、香附（醋制）、延胡索（醋制）、枳壳（麸炒）、檀香、木香、片姜黄、柴胡、丁香、沉香、高良姜、青皮（醋制）、甘草、豆蔻、莪术（醋制）、砂仁、肉桂均购自四川省中药饮片有限责任公司，经川北医学院李毅主任中药师鉴定为正品，按各药材质量标准检验均符合规定。朴沉化郁丸（9 g/丸，批号 4920096、4920101、4920115）购自天津中新药业集团股份有限公司达仁堂制药厂。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Waters Xbridge C₁₈ 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μ m）；流动相乙腈（A）-0.1% 冰醋酸（B）^[2-4]，梯度洗脱（0~14.0 min，25.0% A；14.0~24.0 min，25.0% ~ 40.0% A；24.0~39.0 min，40.0%~70.0% A；39.0~59.0 min，70.0%~81.0% A；59.0~65.0 min，81.0%~25.0% A）；体积流量 0.9 mL/min；柱温 30 $^{\circ}$ C；检测波长 300 nm（0~31.0 min，柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮）^[5-6]、242 nm（31.0~39.0 min， α -香附酮）^[7]、280 nm（39.0~65.0 min，延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱）^[1,8-10]；进样量 10 μ L。

2.2 对照品溶液制备 精密称取柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、 α -香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱对照品适量，70% 乙醇分别制成每 1 mL 含 1.558、1.814、0.492、0.338、0.734、0.146、0.212、0.178、0.132 mg 上述成分的贮备液，分别精密吸取 2.5 mL 置于 50 mL 量瓶中，70% 乙醇制成含柚皮芸香苷 77.9 μ g/mL、橙皮苷 90.7 μ g/mL、川陈皮素 24.6 μ g/mL、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮 16.9 μ g/mL、 α -香附酮 36.7 μ g/mL、延胡索乙素 7.3 μ g/mL、去氢紫堇碱 10.6 μ g/mL、紫堇碱 8.9 μ g/mL、四氢小檗碱 6.6 μ g/mL 的溶液，即得。

2.3 供试品溶液制备 取丸剂适量，剪碎，混匀，取约 5.0 g，精密称定，置于具塞锥形瓶中，精密加入 25 mL 70% 乙醇，称定质量，加热回流提取 45 min，放冷，70% 乙醇补足减失的质量，摇匀，离心 5 min，取上清液，即得。

2.4 阴性样品溶液制备 按丸剂处方和工艺，分别制得缺陈皮、枳壳、青皮，缺香附，缺延胡索的阴性样品，按“2.3”项下方法制备，即得。

2.5 方法学考察

2.5.1 专属性考察 精密吸取对照品、供试品、阴性样品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，结果见图 1。由此可知，各成分与其他成分均能达到基线分离，分离度均大于 1.5，理论塔板数以各成分计均不低于 3 500，阴性无干扰。

2.5.2 线性关系考察 精密吸取“2.2”项下贮备液各 2.0 mL，置于同一 20 mL 量瓶中，70% 乙醇稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液 A，精密吸取适量，70% 乙醇依次稀释 2、4、8、16、20 倍，

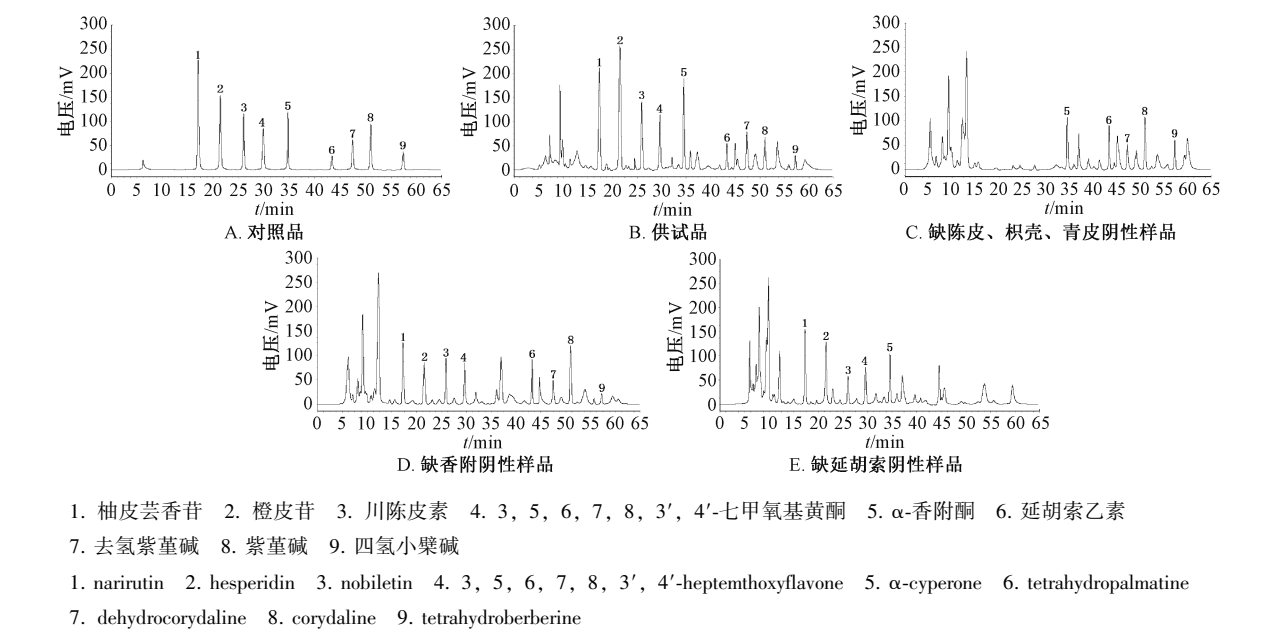


图 1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

分别作为对照品溶液 B~F，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	<i>r</i>	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
柚皮芸香苷	$Y=8.6319\times10^5X+1087.4$	0.9995	7.79~155.80
橙皮苷	$Y=9.0492\times10^5X-415.9$	0.9993	9.07~181.40
川陈皮素	$Y=1.1679\times10^6X+971.4$	0.9996	2.46~49.20
3,5,6,7,8,3',4'-七甲氧基黄酮	$Y=1.3024\times10^6X-1073.5$	0.9993	1.69~33.80
α-香附酮	$Y=1.3958\times10^6X+815.7$	0.9997	3.67~73.40
延胡索乙素	$Y=7.7852\times10^5X+285.3$	0.9995	0.73~14.60
去氢紫堇碱	$Y=1.1019\times10^6X+917.5$	0.9992	1.06~21.20
紫堇碱	$Y=9.0098\times10^5X-537.9$	0.9994	0.89~17.80
四氢小檗碱	$Y=6.3648\times10^5X+220.8$	0.9991	0.66~13.20

2.5.3 精密度试验 精密吸取“2.2”项下对照品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定 6 次，测得柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、α-香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱峰面积 RSD 分别为 0.60%、0.53%、1.74%、0.93%、0.87%、1.18%、1.02%、1.29%、1.35%，表明仪器精密度良好。

2.5.4 重复性试验 取同一批丸剂适量，按“2.3”项下方法平行制备 6 份供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、α-香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱含有量 RSD 分别为 1.44%、

1.27%、0.56%、1.60%、1.36%、0.89%、1.72%、1.86%、0.97%，表明该方法重复性良好。

2.5.5 稳定性试验 取同一份供试品溶液，室温下，于 0、2、4、8、12、16 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、α-香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱峰面积 RSD 分别为 0.63%、0.58%、1.69%、0.88%、0.52%、1.07%、0.98%、1.26%、1.41%，表明溶液在 16 h 内稳定性良好。

2.5.6 加样回收率试验 取同一批含有量已知的丸剂适量，剪碎后取 9 份，每份约 2.5 g，精密称定，置于具塞锥形瓶中，按照 2015 年版《中国药典》四部药品质量标准分析方法验证指导原则要

求,精密吸取对照品溶液(含柚皮芸香苷 0.882 mg/mL、橙皮苷 1.056 mg/mL、川陈皮素 0.322 mg/mL、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮 0.178 mg/mL、 α -香附酮 0.544 mg/mL、延胡索乙素 0.098 mg/mL、去氢紫堇碱 0.136 mg/mL、紫堇碱 0.114 mg/mL、四氢小檗碱 0.078 mg/mL) 0.5、1.0、1.5 mL 各 3 份,按“2.3”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,柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮、 α -香附酮、延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱平均加样回收率分别为 98.59%、99.56%、

97.94%、96.99%、99.91%、98.38%、99.12%、98.99%、97.49%,RSD 分别为 1.28%、0.67%、1.45%、1.34%、0.98%、0.81%、1.17%、1.62%、0.84%。
2.5.7 相对校正因子测定 取“2.6”项下对照品溶液 A~F,在“2.1”项色谱条件下进样测定。以延胡索乙素为内标,计算其他 8 种成分的相对校正因子($f_{\text{内/待}}$),公式为 $f_{\text{内/待}}=f_{\text{内}}/f_{\text{待}}=(A_{\text{内}}\times C_{\text{待}})/(A_{\text{待}}\times C_{\text{内}})$,其中 $A_{\text{内}}$ 为延胡索乙素峰面积, $C_{\text{内}}$ 为延胡索乙素质量浓度, $A_{\text{待}}$ 为待测成分峰面积, $C_{\text{待}}$ 为待测成分质量浓度,结果见表 2。

表 2 各成分相对校正因子

Tab. 2 Relative correction factors of various constituents

对照品溶液	相对校正因子(内标延胡索乙素)							
	柚皮芸香苷	橙皮苷	川陈皮素	3,5,6,7,8,3',4'-七甲氧基黄酮	α -香附酮	去氢紫堇碱	紫堇碱	四氢小檗碱
F	0.878 3	0.846 7	0.677 6	0.596 5	0.551 3	0.684 8	0.869 2	1.255 1
E	0.891 6	0.841 1	0.662 5	0.598 1	0.557 2	0.702 9	0.864 3	1.216 4
D	0.905 7	0.864 2	0.666 4	0.599 2	0.558 8	0.710 2	0.863 5	1.236 7
C	0.908 5	0.878 8	0.661 6	0.606 4	0.552 5	0.718 4	0.872 6	1.227 8
B	0.905 5	0.856 5	0.670 0	0.595 7	0.564 4	0.700 4	0.865 1	1.208 4
A	0.900 4	0.861 4	0.665 7	0.598 7	0.555 6	0.708 2	0.864 2	1.228 7
平均值	0.898 3	0.858 1	0.667 3	0.599 1	0.556 6	0.704 2	0.866 5	1.228 8
RSD/%	1.28	1.56	0.88	0.63	0.86	1.62	0.42	1.33

2.6 耐用性考察

2.6.1 仪器、色谱柱 取“2.1.2”项下对照品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,考察 Waters e2695、Agilent 1100 色谱仪,以及 Waters

Xbridge C₁₈、Agilent Extend C₁₈、Kromasil 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(RSD<2.0%)。

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(内标延胡索乙素)							
		柚皮芸香苷	橙皮苷	川陈皮素	3,5,6,7,8,3',4'-七甲氧基黄酮	α -香附酮	去氢紫堇碱	紫堇碱	四氢小檗碱
Waters e2695	Waters Xbridge C ₁₈	0.875 3	0.839 6	0.671 3	0.589 9	0.553 9	0.696 7	0.865 1	1.233 0
	Agilent Extend C ₁₈	0.881 8	0.842 5	0.660 4	0.591 5	0.564 7	0.701 8	0.862 9	1.212 7
	Kromasil C ₁₈	0.911 6	0.868 1	0.656 1	0.592 7	0.542 9	0.706 5	0.873 1	1.218 5
Agilent 1100	Waters Xbridge C ₁₈	0.900 1	0.870 9	0.660 7	0.601 6	0.556 9	0.713 7	0.870 8	1.224 4
	Agilent Extend C ₁₈	0.897 1	0.852 7	0.659 0	0.596 6	0.560 7	0.709 5	0.869 6	1.218 6
	Kromasil C ₁₈	0.912 9	0.851 4	0.663 8	0.602 8	0.546 0	0.717 5	0.859 2	1.222 7
平均值	—	0.896 5	0.854 2	0.661 9	0.595 8	0.554 2	0.707 6	0.866 8	1.221 6
RSD/%	—	1.71	1.51	0.79	0.91	1.52	1.08	0.61	0.56

2.6.2 体积流量 取“2.1.2”项下对照品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,考察体积流量 0.8、0.9、1.0 mL/min 对相对校正因子的影响,结果见表 4,可知均无明显影响(RSD<2.0%)。

2.6.3 柱温 取“2.1.2”项下对照品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,考察不同柱温 25、

30、35℃对相对校正因子的影响,结果见表 5,可知均无明显影响(RSD<2.0%)。

2.7 色谱峰定位 以延胡索乙素(内标)为基准峰,测定在“2.2.1”项仪器、色谱柱下各成分相对保留时间,结果见表 6,可知均无明显影响(RSD<2.0%)。

表 4 不同体积流量对相对校正因子的影响								
Tab. 4 Effects of different volumetric flow rates on relative correction factors								
体积流量/ (mL·min ⁻¹)	相对校正因子(内标延胡索乙素)							
	柚皮芸香苷	橙皮苷	川陈皮素	3,5,6,7,8,3',4'- 七甲氧基黄酮	α-香附酮	去氢紫堇碱	紫堇碱	四氢小檗碱
0.8	0.887 5	0.849 5	0.671 2	0.597 5	0.556 1	0.699 4	0.869 2	1.232 7
0.9	0.891 6	0.851 3	0.669 4	0.594 6	0.554 3	0.698 6	0.863 9	1.231 9
1.0	0.901 3	0.852 6	0.667 2	0.608 7	0.557 2	0.706 9	0.870 7	1.234 6
平均值	0.893 5	0.851 1	0.669 3	0.600 3	0.555 9	0.701 6	0.870 9	1.233 1
RSD/%	0.79	0.18	0.30	1.24	0.26	0.65	0.92	0.11

表 5 不同柱温对相对校正因子的影响								
Tab. 5 Effects of different column temperatures on relative correction factors								
柱温/℃	相对校正因子(内标延胡索乙素)							
	柚皮芸香苷	橙皮苷	川陈皮素	3,5,6,7,8,3',4'- 七甲氧基黄酮	α-香附酮	去氢紫堇碱	紫堇碱	四氢小檗碱
25	0.891 3	0.852 6	0.660 7	0.591 3	0.552 7	0.698 1	0.859 9	1.215 3
30	0.896 2	0.854 6	0.665 9	0.596 4	0.559 1	0.701 5	0.864 7	1.229 4
35	0.901 5	0.857 9	0.669 2	0.601 9	0.564 2	0.708 3	0.869 5	1.245 6
平均值	0.896 3	0.855 0	0.665 3	0.596 5	0.558 7	0.702 6	0.864 7	1.230 1
RSD/%	0.57	0.31	0.64	0.89	1.03	0.74	0.56	1.23

表 6 各成分相对保留时间								
Tab. 6 Relative retention time of various constituents								
仪器	色谱柱	相对保留时间(内标延胡索乙素)						
		柚皮芸香苷	橙皮苷	川陈皮素	3,5,6,7,8,3',4'- 七甲氧基黄酮	α-香附酮	去氢紫堇碱	紫堇碱
Waters e2695	Waters Xbridge C ₁₈	0.399 8	0.497 6	0.601 2	0.685 2	0.798 6	1.093 8	1.177 9
	Agilent Extend C ₁₈	0.401 3	0.501 9	0.603 7	0.689 4	0.801 2	1.101 6	1.182 3
	Kromasil C ₁₈	0.397 5	0.483 6	0.597 5	0.679 6	0.793 3	1.089 7	1.171 4
Agilent 1100	Waters Xbridge C ₁₈	0.394 6	0.492 2	0.597 3	0.680 7	0.793 9	1.087 7	1.169 4
	Agilent Extend C ₁₈	0.402 5	0.502 7	0.607 6	0.691 3	0.802 2	1.109 5	1.186 8
	Kromasil C ₁₈	0.392 7	0.483 5	0.589 3	0.677 5	0.790 7	1.072 4	1.167 9
平均值	—	0.398 1	0.493 6	0.599 4	0.683 9	0.796 7	1.092 4	1.175 9
RSD/%	—	0.97	1.75	1.05	0.82	0.59	1.16	0.65

2.8 样品含有量测定 取 3 批丸剂,按“2.3”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、一测多评法计算含

有量,结果见表 7,可知 2 种方法所得结果无明显差异(RSD<2.0%)。

表 7 各成分含有量测定结果 (mg/g, n=3)						
Tab. 7 Results of content determination of various constituents (mg/g, n=3)						
批号	4920096		4920101		4920115	
	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法
延胡索乙素	0.039	—	0.042	—	0.033	—
柚皮芸香苷	0.354	0.366	0.300	0.305	0.371	0.361
橙皮苷	0.419	0.425	0.432	0.423	0.379	0.390
川陈皮素	0.126	0.122	0.142	0.138	0.109	0.111
3,5,6,7,8,3',4'-七甲氧基黄酮	0.072	0.070	0.065	0.064	0.079	0.076
α-香附酮	0.217	0.209	0.237	0.230	0.186	0.192
去氢紫堇碱	0.055	0.053	0.047	0.048	0.060	0.059
紫堇碱	0.047	0.048	0.043	0.042	0.053	0.051
四氢小檗碱	0.031	0.030	0.027	0.028	0.035	0.034

3 讨论 功效,厚朴燥湿行气、宽中除满,合为君药;陈皮、枳壳、木香、檀香理气和胃、调中止痛,沉

朴沉化郁丸中香附具有疏肝解郁、理气止痛的

香、柴胡、青皮疏肝解郁、降逆止呕，合为臣药；延胡索、片姜黄、莪术活血祛瘀、行气止痛，丁香、高良姜、肉桂温中散寒止痛，豆蔻、砂仁化湿行气、温中止呕，合为佐药；甘草调和诸药，为使药，诸药合用，共奏疏肝解郁、开胃消食之功。参考中药质量标志物确定原则^[11-12]，以君药为主，兼顾臣、佐、使药，本实验选取朴沉化郁丸中君药香附所含 α -香附酮，臣药陈皮、枳壳、青皮所含柚皮芸香苷、橙皮苷、川陈皮素、3, 5, 6, 7, 8, 3', 4'-七甲氧基黄酮，佐药延胡索所含延胡索乙素、去氢紫堇碱、紫堇碱、四氢小檗碱作为指标成分，采用一测多评法，以延胡索乙素为内标，建立与其他成分之间的相对校正因子，并通过耐用性考察、色谱峰定位、外标法测定结果对比，发现该方法操作简便，稳定性好，可用于该制剂质量评价和控制。

参考文献：

[1] 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，2015：139-140；191；197；246；258；827.
[2] 邱蓉丽，吴玉兰，乐 巍. 陈皮、青皮中 4 种黄酮成分的

比较研究[J]. 中成药，2015，37(1)：149-153.
[3] 陈艳红，吴秋云，蔡佳仲. 17 批不同产地香附中有效成分的含量测定[J]. 临床医学工程，2010，17(11)：41-42.
[4] 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.
[5] 封宇飞，张宏武，邹忠梅，等. HPLC 法同时测定陈皮饮片中 5 种黄酮类化合物的含量[J]. 药物分析杂志，2009，29(1)：10-15.
[6] 庄泽荣，梁咏倩，秦 楠，等. 超高效液相色谱法测定陈皮藿香汤中 4 种成分的含量[J]. 广东药学院学报，2016，32(4)：439-443.
[7] 卢君蓉，李文兵，傅超美，等. 香附药材的质量控制方法的探讨[J]. 中国医院药学杂志，2015，35(5)：389-392.
[8] 徐 皓. HPLC 法测定不同产地元胡药材中 5 种生物碱含量[J]. 药物分析杂志，2015，35(8)：1403-1407.
[9] 毕福钧，林 彤. RP-HPLC 法同时测定醋延胡索配方颗粒中 7 种生物碱[J]. 中草药，2016，47(4)：606-609.
[10] 周 卿，尚京川. HPLC-DAD 法同时测定延胡索中 4 种生物碱的含量[J]. 重庆医科大学学报，2014，39(7)：1017-1019.
[11] 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.
[12] 张铁军，白 钢，陈常青，等. 基于“五原则”的复方中药质量标志物 (Q-marker) 研究路径[J]. 中草药，2018，49(1)：1-13.

补肾解毒颗粒中 4 种成分测定及 HPLC 特征图谱建立

谭志滨， 徐俊鸿， 邓卓燕， 蓝 海*
(广州中医药大学顺德医院，广东 佛山 528300)

摘要：目的 测定补肾解毒颗粒（熟地黄、山药、补骨脂等）中 4 种成分含有量，并建立 HPLC 特征图谱。**方法** 该药物 50% 甲醇提取液的分析采用 Thermo Acclaim TM 120 C₁₈ 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μ m）；流动相乙腈-0.1% 磷酸，梯度洗脱；体积流量 1.0 mL/min；检测波长 240、246 nm；柱温 35 $^{\circ}$ C。**结果** 莫诺苷、马钱苷、补骨脂素、异补骨脂分别在 2.481 8~124.087 6、2.328 5~116.424 0、1.064 8~53.239 8、1.528 3~76.416 0 μ g/mL 范围内线性关系良好（ $r \geq 0.999\ 9$ ），平均加样回收率分别为 102.43%、98.61%、92.02%、96.93%，RSD 分别为 3.75%、5.79%、3.46%、5.80%。15 批样品特征图谱中有 6 个特征峰，相似度 0.997~0.999。**结论** 该方法简便可靠，重复性好，可用于补肾解毒颗粒的质量控制。

关键词：补肾解毒颗粒；莫诺苷；马钱苷；补骨脂素；异补骨脂素；特征图谱；HPLC

中图分类号：R927.2 **文献标志码：**A **文章编号：**1001-1528(2020)06-1426-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.06.006

收稿日期：2019-09-10
基金项目：广东省科技发展计划项目（2016ZC0102）
作者简介：谭志滨（1991—），男，硕士，中药师，从事配方颗粒、医院制剂标准研究。E-mail: tanzhibinyizhong@163.com
***通信作者：**蓝 海（1980—），男，博士，副主任医师，从事中药蟾酥及复方抗血液恶性肿瘤的基础及转化研究。E-mail: 13711782243@163.com