

[质 量]

HPLC-ELSD 法同时测定跌打片中 8 种成分

张春辉, 邱学伟, 单秀明, 钟建青
(青岛市食品药品检验研究院, 山东 青岛 266071)

摘要: **目的** 建立 HPLC-ELSD 法同时测定跌打片(三七、当归、白芍等)中芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、川续断皂苷 VI、人参皂苷 Rb₁ 的含有量。**方法** 分析采用 Phenomenex Kinetex-C₁₈ 色谱柱(100 mm×4.6 mm, 2.6 μm); 流动相为乙腈-水, 梯度洗脱; 柱温 30 ℃; 体积流量 0.5 mL/min。**结果** 芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、川续断皂苷 VI、人参皂苷 Rb₁ 分别在 0.149 5~5.981 2 μg ($r=0.999\ 4$)、0.102 5~4.100 1 μg ($r=0.998\ 1$)、0.041 5~1.660 8 μg ($r=0.999\ 5$)、0.194 8~7.792 7 μg ($r=0.998\ 4$)、0.046 5~1.858 4 μg ($r=0.997\ 9$)、0.039 7~1.589 3 μg ($r=0.997\ 1$)、0.689 3~27.571 3 μg ($r=0.999\ 1$)、0.028 1~1.125 9 μg ($r=0.999\ 6$) 范围内呈良好的线性关系, 平均加样回收率分别为 98.9% (RSD=0.66%)、100.2% (RSD=2.3%)、98.9% (RSD=1.6%)、100.1% (RSD=1.8%)、99.5% (RSD=1.9%)、99.0% (RSD=1.7%)、100.2% (RSD=1.9%)、97.1% (RSD=0.86%)。**结论** 该方法简便、快速、准确, 可用于跌打片的质量控制。

关键词: 跌打片; 芍药苷; 柚皮苷; 橙皮苷; 新橙皮苷; 三七皂苷 R₁; 人参皂苷 R_{g1}; 川续断皂苷 VI; 人参皂苷 Rb₁; HPLC-ELSD

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2016)04-0801-06
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.04.017

Simultaneous determination of eight constituents in Dieda Tablets by HPLC-ELSD

ZHANG Chun-hui, QIU Xue-wei, SHAN Xiu-ming, ZHONG Jian-qing
(Qingdao Institute for Drug and Food Control, Qingdao 266071, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish an HPLC-ELSD method for simultaneously determining the contents of paeoniflorin, naringin, hesperidin, neohesperidin, notoginsenoside R₁, ginsenoside R_{g1}, asperosaponin VI and ginsenoside Rb₁ in Dieda Tablets (*Panax notoginseng*, *Angelica sinensis*, *Paeonia lactiflora*, etc.). **METHODS** The analysis was performed on Phenomenex Kinetex-C₁₈ column (100 mm×4.6 mm, 2.6 μm), mobile phase was acetonitrile-water with gradient elution, column temperature was maintained at 30 ℃, and flow rate was 0.5 mL/min. **RESULTS** Paeoniflorin, naringin, hesperidin, neohesperidin, notoginsenoside R₁, ginsenoside R_{g1}, asperosaponin VI and ginsenoside Rb₁ showed good linear relationships within the ranges of 0.149 5–5.981 2 μg ($r=0.999\ 4$), 0.102 5–4.100 1 μg ($r=0.998\ 1$), 0.041 5–1.660 8 μg ($r=0.999\ 5$), 0.194 8–7.792 7 μg ($r=0.998\ 4$), 0.046 5–1.858 4 μg ($r=0.997\ 9$), 0.039 7–1.589 3 μg ($r=0.997\ 1$), 0.689 3–27.571 3 μg ($r=0.999\ 1$) and 0.028 1–1.125 9 μg ($r=0.999\ 6$), and their average recoveries were 98.9% (RSD=0.66%), 100.2% (RSD=2.3%), 98.9% (RSD=1.6%), 100.1% (RSD=1.8%), 99.5% (RSD=1.9%), 99.0% (RSD=1.7%), 100.2% (RSD=1.9%) and 97.1% (RSD=0.86%), respectively. **CONCLUSION** This method is simple, rapid and accurate, which can be used for the quality control of Dieda Tablets.

KEY WORDS: Dieda Tablets; paeoniflorin; naringin; hesperidin; neohesperidin; notoginsenoside R₁; ginsenoside R_{g1}; asperosaponin VI; ginsenoside Rb₁; HPLC-ELSD

收稿日期: 2015-06-09
作者简介: 张春辉 (1976—), 女, 副主任中药师, 从事中药检验与质量研究。Tel: 13361209021, E-mail: zhangchh0305@163.com

跌打片是由三七、当归、白芍、赤芍、桃仁、红花、血竭、北刘寄奴、烫骨碎补、续断、苏木、牡丹皮、乳香（制）、没药（制）、姜黄、醋三棱、防风、甜瓜子、枳实（炒）、桔梗、甘草、木通、煅自然铜、土鳖虫共 24 味药材组成的大处方中药制剂，具有活血化瘀，消肿止痛之功效，可用于跌打损伤、筋断骨折、瘀血肿痛、闪腰岔气等症状的治疗^[1-2]。其现行质量标准收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第十五册，仅对性状、部分药味的显微鉴别及崩解时限进行了控制，而未对方中任何药味进行定量测定^[3]。本实验参考《中国药典》2010 年版一部^[4]及文献 [5-7]，采用 HPLC-ELSD 法对跌打片中芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 Rg₁、川续断皂苷 VI、人参皂苷 Rb₁ 8 种成分的含有量同时进行测定，以有效控制其内在质量。

1 仪器与试药

1.1 仪器 LC-20AT 高效液相色谱仪（日本岛津公司）；ELSD 2000ES 蒸发光散射检测器（美国奥泰公司）；BP211D 电子天平（德国 Sartoris 公司）；Auto Science AS10200BT 超声波清洗器（天津奥特赛恩斯仪器有限公司）。

1.2 试剂与药品 乙腈为色谱纯；其他试剂均为分析纯。芍药苷（110736-201136，纯度 96.0%）、柚皮苷（110722-201111，纯度 93.2%）、橙皮苷（110721-200613，纯度 100.0%）、新橙皮苷（111857-201102，纯度 99.6%）、三七皂苷 R₁（110745-200617，纯度 100.0%）、人参皂苷 Rg₁（110703-201027，纯度 96.3%）、川续断皂苷 VI（111685-201003，纯度 93.5%）、人参皂苷 Rb₁ 对照品（110704-201122，纯度 92.9%）均购自中国食品药品检定研究院。跌打片（天津中新药业集团股份有限公司隆顺榕制药厂，批号 0804001、0804002、0804003）。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Phenomenex Kinetex C₁₈ 色谱柱（100 mm × 4.6 mm，2.6 μm）；以乙腈（A）-水（B）为流动相，梯度洗脱（0 ~ 15 min，100% ~ 81% B；15 ~ 35 min，81% ~ 70% B；35 ~ 50 min，70% ~ 60% B；50 ~ 55 min，60% ~ 40% B；55 ~ 60 min，40% ~ 100% B）；柱温 30 ℃；体积流量 0.5 mL/min；蒸发光散射检测器漂移管温度 110 ℃；空气体积流量 3.0 L/min。理论塔板数按川续断皂苷 VI 峰计算，应不低于 10 000。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Rb₁ 对照品 12.98、9.17、10.38、9.78、11.62、10.32、7.58 mg，分别置于 10 mL 量瓶中，甲醇定容至刻度，制成贮备液。精密称取川续断皂苷 VI 对照品 18.43 mg，再精密量取各成分贮备液 3、3、1、5、1、1、1 mL，置于 25 mL 量瓶中，甲醇定容至刻度，制成每 1 mL 含芍药苷 156 μg、柚皮苷 110 μg、橙皮苷 42 μg、新橙皮苷 196 μg、三七皂苷 R₁ 46 μg、人参皂苷 Rg₁ 41 μg、川续断皂苷 VI 737 μg、人参皂苷 Rb₁ 30 μg 的混合溶液，即得。

2.3 供试品溶液的制备 取样品适量，除去糖衣，研细，精密称取粉末 1 g，置于 25 mL 量瓶中，加甲醇适量，超声（功率 300 W、频率 40 kHz）30 min，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

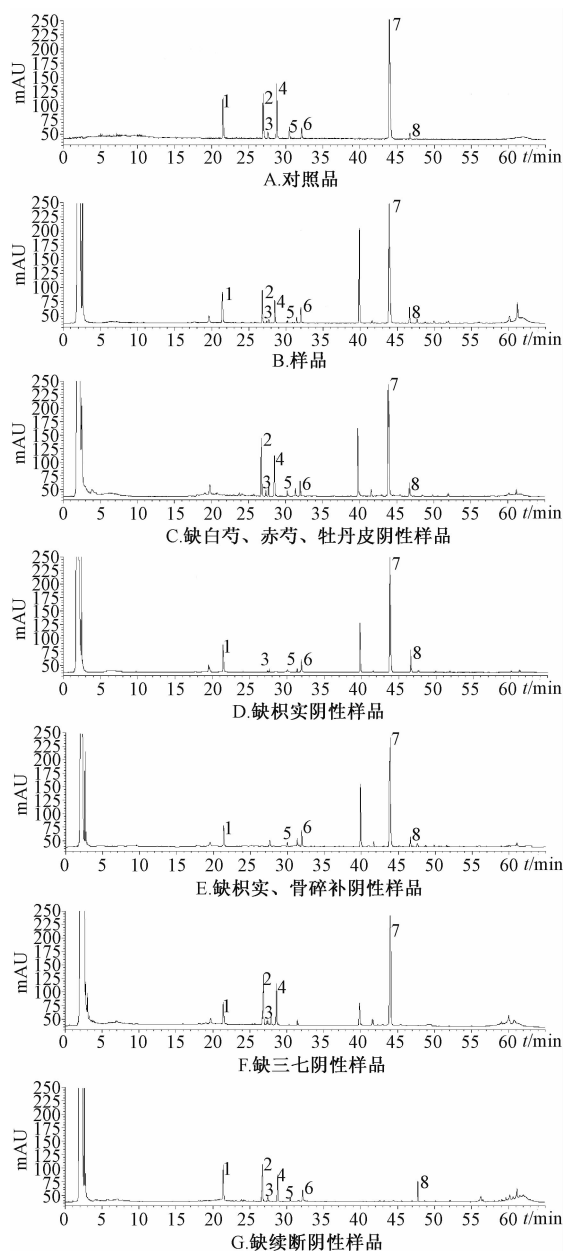
2.4 阴性样品溶液的制备 按跌打片处方比例及工艺，分别制备缺少白芍、赤芍、牡丹皮、枳实、骨碎补、续断、三七的阴性样品，按“2.3”项下方法制备阴性样品溶液。

2.5 专属性试验 分别精密吸取对照品、供试品、阴性样品溶液各 10 μL，注入 HPLC 色谱仪测定。结果，供试品溶液在与芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 Rg₁、川续断皂苷 VI、人参皂苷 Rb₁ 对照品的相同保留时间处有吸收峰，而阴性样品溶液未显吸收峰，表明其对测定无干扰。见图 1。

2.6 线性关系考察 分别精密吸取对照品溶液 1、3、5、10、15、20、30、40 μL，在“2.1”项色谱条件下进行测定，以峰面积积分值的自然对数为纵坐标（Y），进样量（μg）的自然对数值为横坐标（X）绘制标准曲线，计算回归方程，结果见表 1。由表可知，各成分在相应范围内均呈良好的线性关系。

表 1 回归方程及线性范围

Tab. 1 Regression equations and linear ranges			
成分	回归方程	r	线性范围/μg
芍药苷	$Y=1.226\ 7X+6.916\ 5$	0.999 4	0.149 5~5.981 2
柚皮苷	$Y=1.437\ 0X+6.443\ 0$	0.998 1	0.102 5~4.100 1
橙皮苷	$Y=1.260\ 9X+6.509\ 9$	0.999 5	0.041 5~1.660 8
新橙皮苷	$Y=1.470\ 8X+6.323\ 8$	0.998 4	0.194 8~7.792 7
三七皂苷 R ₁	$Y=1.474\ 4X+6.183\ 7$	0.997 9	0.046 5~1.858 4
人参皂苷 Rg ₁	$Y=1.326\ 0X+6.731\ 1$	0.997 1	0.039 7~1.589 3
川续断皂苷 VI	$Y=1.538\ 5X+6.389\ 2$	0.999 1	0.689 3~27.571 3
人参皂苷 Rb ₁	$Y=1.621\ 3X+6.082\ 0$	0.999 6	0.028 1~1.125 9



1. 芍药苷 2. 柚皮苷 3. 橙皮苷 4. 新橙皮苷 5. 三七皂苷 R_1 6. 人参皂苷 R_{g_1} 7. 川续断皂苷 VI 8. 人参皂苷 R_{b_1}
1. paeoniflorin 2. naringin 3. hesperidin 4. neo hesperidin
5. notoginsenoside R_1 6. ginsenoside R_{g_1} 7. asperosaponin VI
8. ginsenoside R_{b_1}

图1 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms

2.7 精密度试验 在“2.1”项色谱条件下,精密吸取对照品溶液 5 μ L,连续进样 6 次,测定峰面积积分值。结果,芍药苷的 RSD 为 0.08%、柚皮苷的 RSD 为 0.05%、橙皮苷的 RSD 为 1.05%、新橙皮苷的 RSD 为 0.38%、三七皂苷 R_1 的 RSD 为 0.87%、人参皂苷 R_{g_1} 的 RSD 为 0.64%、川续

断皂苷 VI 的 RSD 为 0.42%、人参皂苷 R_{b_1} 的 RSD 为 0.19%,表明仪器具有良好的精密度。

2.8 重复性试验 取同一批样品(批号 0804002),按“2.3”项下方法制备 6 份供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下测定。结果,芍药苷的 RSD 为 0.52%、柚皮苷的 RSD 为 0.69%、橙皮苷的 RSD 为 2.67%、新橙皮苷的 RSD 为 0.85%、三七皂苷 R_1 的 RSD 为 3.45%、人参皂苷 R_{g_1} 的 RSD 为 1.03%、川续断皂苷 VI 的 RSD 为 0.18%、人参皂苷 R_{b_1} 的 RSD 为 1.71%,表明该方法具有良好的重复性。

2.9 稳定性试验 取同一供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下于 0、1、12、24、48、72 h 进样,测定峰面积积分值。结果,芍药苷的 RSD 为 0.37%、柚皮苷的 RSD 为 0.92%、橙皮苷的 RSD 为 0.97%、新橙皮苷的 RSD 为 1.22%、三七皂苷 R_1 的 RSD 为 0.66%、人参皂苷 R_{g_1} 的 RSD 为 0.29%、川续断皂苷 VI 的 RSD 为 0.23%、人参皂苷 R_{b_1} 的 RSD 为 0.79%,表明供试品溶液在 72 h 内基本稳定。

2.10 加样回收率试验 取含有量已知(芍药苷 3.136 mg/g、柚皮苷 2.074 mg/g、橙皮苷 0.544 mg/g、新橙皮苷 1.685 mg/g、三七皂苷 R_1 0.311 mg/g、人参皂苷 R_{g_1} 1.296 mg/g、川续断皂苷 VI 12.260 mg/g、人参皂苷 R_{b_1} 0.959 mg/g)的同一批样品(批号 0804002)适量,除去糖衣,研细,精密称取 6 份,每份 0.5 g,置于 25 mL 量瓶中,每份分别精密加入对照品混合溶液 10 mL(含芍药苷 0.155 8 mg/mL、柚皮苷 0.110 0 mg/mL、橙皮苷 0.020 8 mg/mL、新橙皮苷 0.078 2 mg/mL、三七皂苷 R_1 0.013 9 mg/mL、人参皂苷 R_{g_1} 0.061 9 mg/mL、人参皂苷 R_{b_1} 0.060 6 mg/mL)和适量川续断皂苷 VI 固体对照品,甲醇溶解,按“2.3”项下方法制成供试品溶液。精密吸取 10 μ L,按上述方法测定加样回收率,结果见表 2。

2.11 含有量测定 取 3 批跌打片,按“2.3”项下方法制备供试品溶液,精密吸取 10 μ L,按上述方法测定,结果见表 3。

3 讨论

3.1 色谱条件的选择 近年来,采用多成分含有量测定法控制中药的质量已成为一种趋势^[8-9]。跌打片组方药味多,化学成分复杂,采用 ELSD 检测器可同时检测续断中的川续断皂苷 VI,三七中的三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g_1} 和人参皂苷 R_{b_1} ,白芍、赤芍

和牡丹皮中的芍药苷，枳实、骨碎补中的柚皮苷，以及枳实中的橙皮苷、新橙皮苷^[10-13]。本实验考察了 ELSD 参数，最终确定以乙腈（A）-水（B）为流动相，梯度洗脱（0 ~ 15 min，100% ~ 81% B；15 ~ 35 min，81% ~ 70% B；35 ~ 50 min，70% ~ 60% B；50 ~ 55 min，60% ~ 40% B；55 ~ 60 min，40% ~ 100% B）；柱温 30 ℃；体积流量 0.5 mL/min；蒸发光散射检测器漂移管温度 110 ℃；空气体积流量 3.0 L/min。在该条件下，样品中 8 种成分与其他组分峰可达基线分离，而且峰形对称。

表 2 8 种成分加样回收率试验结果

Tab. 2 Results of recovery tests for eight constituents						
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/%）
芍药苷	0.501 6	1.573	1.558	3.120	99.29	98.9 (0.66)
	0.500 3	1.569	1.558	3.111	98.98	
	0.502 4	1.576	1.558	3.131	99.84	
	0.503 1	1.578	1.558	3.108	98.22	
	0.501 1	1.571	1.558	3.105	98.43	
	0.502 2	1.575	1.558	3.110	98.53	
柚皮苷	0.501 6	1.040	1.100	2.141	100.06	100.2 (2.3)
	0.500 3	1.038	1.100	2.136	99.85	
	0.502 4	1.042	1.100	2.119	97.91	
	0.503 1	1.043	1.100	2.184	103.69	
	0.501 1	1.039	1.100	2.165	102.34	
	0.502 2	1.042	1.100	2.114	97.49	
橙皮苷	0.501 6	0.273	0.208	0.479	99.10	98.9 (1.6)
	0.500 3	0.272	0.208	0.478	98.96	
	0.502 4	0.273	0.208	0.476	97.45	
	0.503 1	0.274	0.208	0.476	97.27	
	0.501 1	0.273	0.208	0.483	101.15	
	0.502 2	0.273	0.208	0.480	99.42	
新橙皮苷	0.501 6	0.845	0.782	1.621	99.21	100.1 (1.8)
	0.500 3	0.843	0.782	1.628	100.38	
	0.502 4	0.847	0.782	1.618	98.65	
	0.503 1	0.848	0.782	1.617	98.37	
	0.501 1	0.844	0.782	1.649	102.90	
	0.502 2	0.846	0.782	1.638	101.25	
三七皂苷 R ₁	0.501 6	0.156	0.139	0.294	99.28	99.5 (1.9)
	0.500 3	0.156	0.139	0.290	96.70	
	0.502 4	0.156	0.139	0.296	100.54	
	0.503 1	0.156	0.139	0.293	98.23	
	0.501 1	0.156	0.139	0.297	101.55	
	0.502 2	0.156	0.139	0.296	100.59	
人参皂苷 R _{g₁}	0.501 6	0.650	0.619	1.257	98.05	99.0 (1.7)
	0.500 3	0.648	0.619	1.259	98.64	
	0.502 4	0.651	0.619	1.260	98.37	
	0.503 1	0.652	0.619	1.276	100.80	
	0.501 1	0.649	0.619	1.280	101.87	
	0.502 2	0.651	0.619	1.248	96.47	
川续断皂苷 VI	0.501 6	6.150	6.127	12.354	101.26	100.2 (1.9)
	0.500 3	6.134	6.234	12.360	99.88	
	0.502 4	6.159	6.208	12.389	100.35	
	0.503 1	6.168	6.357	12.345	97.17	
	0.501 1	6.143	6.066	12.351	102.33	
	0.502 2	6.157	6.104	12.264	100.05	
人参皂苷 R _{b₁}	0.501 6	0.481	0.606	1.067	96.69	97.1 (0.86)
	0.500 3	0.480	0.606	1.068	97.06	
	0.502 4	0.482	0.606	1.067	96.57	
	0.503 1	0.482	0.606	1.063	95.80	
	0.501 1	0.481	0.606	1.075	98.09	
	0.502 2	0.482	0.606	1.079	98.58	

表 3 含有量测定结果 (mg/g)
Tab. 3 Determination results of contents (mg/g)

批号	芍药苷		柚皮苷		橙皮苷		新橙皮苷	
	含有量	平均值	含有量	平均值	含有量	平均值	含有量	平均值
0804001	3. 105	3. 108	2. 071	2. 072	0. 539	0. 540	1. 690	1. 693
	3. 111		2. 070		0. 539		1. 693	
	3. 108		2. 076		0. 542		1. 695	
0804002	3. 133	3. 136	2. 078	2. 074	0. 543	0. 544	1. 685	1. 685
	3. 137		2. 070		0. 546		1. 688	
	3. 139		2. 073		0. 544		1. 682	
0804003	3. 007	3. 008	2. 077	2. 076	0. 547	0. 544	1. 688	1. 684
	3. 010		2. 079		0. 543		1. 684	
	3. 006		2. 071		0. 542		1. 680	

批号	三七皂苷 R ₁		人参皂苷 R _{g₁}		川续断皂苷 VI		人参皂苷 R _{b₁}	
	含有量	平均值	含有量	平均值	含有量	平均值	含有量	平均值
0804001	0. 309	0. 308	1. 300	1. 298	12. 258	12. 260	0. 960	0. 960
	0. 308		1. 295		12. 262		0. 962	
	0. 308		1. 300		12. 260		0. 958	
0804002	0. 310	0. 311	1. 300	1. 296	12. 262	12. 260	0. 960	0. 959
	0. 311		1. 296		12. 259		0. 959	
	0. 313		1. 293		12. 260		0. 958	
0804003	0. 310	0. 310	1. 296	1. 295	12. 268	12. 268	0. 954	0. 955
	0. 311		1. 294		12. 269		0. 955	
	0. 309		1. 295		12. 266		0. 955	

3.2 提取条件的选择 芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g₁}、人参皂苷 R_{b₁} 均可溶于甲醇^[14-19]。本实验比较了冷浸 24 h、超声（功率 300 W，频率 40 kHz）30 min、加热回流提取 30 min，发现超声提取 30 min 与加热回流提取 30 min 的效果基本一致。考虑到甲醇超声提取既能有效地将这 8 种成分提取出来，又能避免组方中乳香、没药等胶质成分的溶出，还可减少杂质对测定的干扰，并且操作简便，故最终选用甲醇超声 30 min 进行提取。

参考文献：

[1] 阮宏鹏,王 丽. 跌打丸联合刺络拔罐治疗急性踝关节扭伤 37 例 [J]. 现代中西医结合杂志, 2010, 19 (16): 2029.

[2] 赵 群,彭萍华. 跌打丸与风湿跌打药酒外敷治疗踝关节扭伤疗效观察及护理 [J]. 中国校医, 2012, 26 (5): 344, 346.

[3] 国家药典委员会. 国家药品标准中药成方制剂: 第 15 册 [S]. 北京: 人民卫生出版社, 1998: 201.

[4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2010 年版一部 [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 11-12, 96-97, 147-148, 309-310, 附录 36.

[5] 彭 键. 高效液相色谱法测定跌打丸中川续断皂苷 VI 的含量 [J]. 中南药学, 2012, 10(1): 25-28.

[6] 鲁 敏,金樟照,龚 青. 高效液相色谱法测定治伤跌打丸中芍药苷 [J]. 中草药, 2007, 38(3): 389-390.

[7] 封士兰,董钰明,段生玉,等. 参芍片中人参皂苷 R_{g₁}, R_e 和芍药苷含量的 HPLC 研究 [J]. 中成药, 2002, 24 (1): 25-27.

[8] 施 法,白旭东,董 斌,等. HPLC 法同时分析测定明目上清片中 10 个化学成分 [J]. 药物分析杂志, 2014, 34 (1): 91-95.

[9] 曹旦华,张 剑,朱丹妮. HPLC 同时测定乳癖消颗粒中 7 种成分的含量 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (6): 74-76.

[10] 林 林,刘广桢,刘洪超,等. HPLC-ELSD 法同时测定心脑血管舒口服液中 7 种皂苷类成分 [J]. 中成药, 2014, 36 (1): 90-94.

[11] 唐 露,李 希,冯建安,等. HPLC-ELSD 法测定舒络颗粒中黄芪甲苷、三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g₁} 和人参皂苷 R_{b₁} 的含量 [J]. 实用中医药杂志, 2012, 28 (11): 964-967.

[12] 彭 英,韦英杰,陈 宁,等. HPLC-UV 及 ELSD 法测定续断皂苷 VI 的比较研究 [J]. 中成药, 2010, 32 (2): 267-269.

[13] 高 颖,高文远,董 玄. HPLC-ELSD 法测定血府逐瘀胶囊中苦杏仁苷、芍药苷和柚皮苷 [J]. 中草药, 2009, 40 (11): 1756-1758.

[14] 辛爱玲,邢向伟. RP-HPLC 法测定三七丹胶囊中人参皂苷 R_{b₁}、人参皂苷 R_{g₁} 和三七皂苷 R₁ 的含量 [J]. 北方药学, 2014, 11(3): 2-3.

[15] 刘 翔,黄 京. HPLC 法同时测定麻仁丸中芍药苷、柚皮苷及橙皮苷的含量 [J]. 中国药品标准, 2010, 11 (6): 442-446.

- [16] 张金莲, 何 敏, 谢一辉, 等. 高效液相色谱法测定枳壳饮片中柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(6): 68-70.

[17] 康四和, 周 锐, 聂 晶. HPLC 测定小儿消积止咳口服液中柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷的含量[J]. 中成药, 2010, 32(12): 2088-2091.
- [18] 张月辉, 王冬梅, 王安达, 等. HPLC 法同时测定益胃口服液中芍药苷和橙皮苷的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2007, 24(8): 495-497, 503.

[19] 谭洪根, 林 生, 张启伟, 等. 高效液相色谱法测定续断药材中川续断皂苷Ⅵ的含量[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(9): 726-727, 739.

HPLC 法同时测定气管炎颗粒中 7 种有效成分

张建春^{1,2}, 苟亚军^{1*}, 邓永强²
(1. 兰州大学, 甘肃 兰州 730000; 2. 中国人民解放军第一医院, 甘肃 兰州 730000)

摘要: **目的** 建立 HPLC 法同时测定气管炎颗粒(麻黄、苦杏仁、橘红等)中盐酸麻黄碱、苦杏仁苷、柚皮苷、党参炔苷、五味子醇甲、远志皂苷元和款冬酮的含有量。**方法** 分析采用 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1% 磷酸溶液, 梯度洗脱; 体积流量 1 mL/min; 检测波长 210 nm。**结果** 盐酸麻黄碱、苦杏仁苷、柚皮苷、党参炔苷、五味子醇甲、远志皂苷元和款冬酮分别在 15.4 ~ 770 μg/mL、10.2 ~ 510 μg/mL、5.2 ~ 260 μg/mL、4 ~ 200 μg/mL、8 ~ 400 μg/mL、7.5 ~ 375 μg/mL 和 7 ~ 350 μg/mL 范围内呈良好的线性关系, 平均回收率分别为 98.5% (RSD = 1.8%)、98.9% (RSD = 1.2%)、100.4% (RSD = 0.7%)、97.5% (RSD = 1.9%)、101.1% (RSD = 1.7%)、99.3% (RSD = 1.7%) 和 101.1% (RSD = 1.1%)。**结论** 该方法简便、准确、灵敏、重复性好, 可用于气管炎颗粒的质量控制。

关键词: 气管炎颗粒; 盐酸麻黄碱; 苦杏仁苷; 柚皮苷; 党参炔苷; 五味子醇甲; 远志皂苷元; 款冬酮; HPLC

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2016)04-0806-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.04.018

Simultaneous determination of seven effective constituents in Qiguanyan Granules by HPLC

ZHANG Jian-chun^{1,2}, GOU Ya-jun^{1*}, DENG Yong-qiang²
(1. Lanzhou University, Lanzhou 730000, China; 2. The First Hospital of PLA, Lanzhou 730000, China)

ABSTRACT: AIM To establish an HPLC method for the simultaneous determination of the contents of ephedrine hydrochloride, nitrilosides, naringin, lobetyolin, schisandrin, senegenin and tussilagone in Qiguanyan Granules (*Ephedra sinica*, *Semen Armeniacae*, *Citrus reticulata*, etc.). **METHODS** The analysis was performed on Agilent ZORBAX SB-C₁₈ column (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution with gradient elution, flow rate was 1 mL/min, and detection wavelength was set at 210 nm. **RESULTS** Ephedrine hydrochloride, nitrilosides, naringin, lobetyolin, schisandrin, senegenin and tussilagone showed good linear relationships within the ranges of 15.4 – 770 μg/mL, 10.2 – 510 μg/mL, 5.2 – 260 μg/mL, 4 – 200 μg/mL, 8 – 400 μg/mL, 7.5 – 375 μg/mL and 7 – 350 μg/mL, whose average recoveries were 98.5% (RSD = 1.8%), 98.9% (RSD = 1.2%), 100.4% (RSD = 0.7%), 97.5% (RSD = 1.9%), 101.1% (RSD = 1.7%), 99.3% (RSD = 1.7%) and 101.1% (RSD = 1.1%), respectively. **CONCLUSION** This

收稿日期: 2015-08-26
基金项目: 军队医疗科研专项课题 (14JZ12-1)
作者简介: 张建春 (1968—), 女, 硕士, 主任药师, 硕士生导师, 研究方向为药物新剂型及中药制剂。Tel: (0931) 8993383, E-mail: zjc1508@126.com
* 通信作者: 苟亚军 (1989—), 男, 硕士, 研究方向为药物新剂型及中药制剂。Tel: 15193166460, E-mail: gouyj09@163.com