

[质 量]

一测多评法同时测定参芪二仙片中 9 种成分

蔡楚兰¹, 廖 勇^{2*}

(1. 宜昌市优抚医院科教科, 湖北 宜昌 443005; 2. 三峡大学第二临床医学院, 三峡大学附属仁和医院, 湖北 宜昌 443001)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定参芪二仙片(淫羊藿、仙茅、巴戟天)中仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 的含有量。**方法** 该药物 70% 乙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% 冰醋酸, 梯度洗脱; 体积流量 0.9 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 280、235、270 nm。以淫羊藿苷为内标, 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 97.13%~100.05%, RSD 0.85%~1.52%。一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法简便准确, 可用于参芪二仙片的质量控制。

关键词: 参芪二仙片; 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)03-0506-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.03.005

Simultaneous determination of nine constituents in Shenqi Erxian Tablets by QAMS

CAI Chu-lan¹, LIAO Yong^{2*}

(1. Sinence and Technology Department of Yichang Municipal Special Care Hospital, Yichang 443005, China; 2. The Second Medical School of China Three-Gorge University, Renhe Hospital Affiliated to China Three-Gorge University, Yichang 443001, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of curculigoside, curculigoside B, monotropein, deacetyl asperulosidic acid, epimedin A, epimedin B, epimedin C, icariin and baohuoside I in Shenqi Erxian Tablets (*Epimedii Folium*, *Curculiginis Rhizoma*, *Morindae officinalis Radix*, etc.). **METHODS** The analysis of 70% ethanol extract of this drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Kromasil C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% glacial acetic acid flowing at 0.9 mL/min in a gradient elution anner, and the detection wavelengths were set at 280, 235, 270 nm. With icariin as an internal standard, the relative correction factors of the other eight constituents were calculated, 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 97.13%–100.05% with the RSDs of 0.85%–1.52%. 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 Shenqi Erxian Tablets.

KEY WORDS: Shenqi Erxian Tablets; chemical constituents; quantitative analysis of multi-components by single-marker

参芪二仙片收载于中华人民共和国卫生部药品标准(中药成方制剂第二十册)^[1], 由淫羊藿、酒制仙茅、盐制巴戟天、红参、黄芪、当归、盐制黄柏、盐制知母 8 味药材组成, 具有补肾填精、调补

收稿日期: 2018-03-16

作者简介: 蔡楚兰(1970—), 女, 副主任药师, 从事药物质量控制临床药学、科教科教学等相关研究工作。Tel: 13687227710

* 通信作者: 廖 勇(1972—), 男, 主任药师, 从事药物质量控制、药事管理、临床药学等相关教学工作。Tel: 13986828368, E-mail: yichangecl@126.com

冲任、益气养血的功效，临床上主要用于治疗肾虚腰膝酸软、阳痿早泄、遗精、更年期经血不调等症，但其现行质量标准未对方中成分进行定量测定，仅赵玉华^[2]、杨国振^[3]等采用 HPLC 法测定淫羊藿苷含有量，难以有效控制产品质量稳定性和临床疗效一致性。因此，本实验采用一测多评法，以参芪二仙片中淫羊藿苷为内标，计算其与仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、宝藿苷 I 的相对校正因子，测定各成分含有量，以期为该制剂质量控制提供参考。

1 材料

Agilent 1100 型高效液相色谱仪（美国安捷伦公司）；BP211D 型电子分析天平（瑞士 Mettler-Toledo 公司）；KQ2200 型超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。参芪二仙片（批号 161002、161103、170107），购于沈阳红药集团股份有限公司。仙茅苷（110771-201707）、水晶兰苷（111870-201303）、朝藿定 C（111780-201503）、淫羊藿苷（110737-201516）、宝藿苷 I（111852-201603）对照品购于中国食品药品检定研究院；仙茅苷乙（143601-09-6）对照品购于深圳市佰森生物技术有限公司；去乙酰基车叶草苷酸（14259-55-3）、朝藿定 A（110623-72-8）、朝藿定 B（110623-73-9）对照品购于上海纯优生物科技有限公司。乙腈为色谱纯；其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Kromasil C₁₈ 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μm）；流动相乙腈（A）-0.1%冰醋酸（B），梯度洗脱（0~16 min，10.0% A；16~34 min，10.0%→21.0% A；34~47 min，21.0%→26.0% A；47~58 min，26.0%→45.0% A；58~65 min，45.0%→10.0% A）；0~23 min 时在 280 nm^[4] 波长下检测仙茅苷和仙茅苷乙，23~34 min 时在 235 nm^[5-6] 波长下检测水晶兰苷和去乙酰基车叶草苷酸，34~65 min 时在 270 nm^[2-3,7-11] 波长下检测朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I；体积流量 0.9 mL/min；柱温 30℃；进样量 10 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 供试品溶液 取片剂 10 片，除去糖衣后研细，精密称取细粉约 0.4 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入 70% 乙醇 50 mL，称定质量，超声（100 W、40 kHz）30 min，放冷，70% 乙醇补足减

失的质量，摇匀，过滤，即得。

2.2.2 对照品溶液 精密称取仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 对照品适量，70% 乙醇制成质量浓度分别为 0.432、0.176、0.814、0.498、0.262、0.556、1.038、0.642、0.416 mg/mL 的贮备液，各精密吸取 2.5 mL，置于 50 mL 量瓶中，70% 乙醇稀释至刻度，制成质量浓度分别为 21.6、8.8、40.7、24.9、13.1、27.8、51.9、32.1、20.8 μg/mL 的溶液，即得。

2.2.3 阴性样品溶液 按片剂质量标准项下的处方和工艺，分别制成不含仙茅、巴戟天、淫羊藿的阴性样品，按“2.2.1”项下方法制备，即得。

2.3 系统适用性考察与专属性试验 精密吸取供试品、对照品、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，各成分与其相邻色谱峰的分离度均大于 1.5，理论塔板数按各色谱峰计均大于 3 500，阴性无干扰。

2.4 线性关系考察 精密吸取“2.2.2”项下对照品溶液各 2.0 mL，置于同一 20 mL 量瓶中，70% 乙醇定容至刻度，摇匀，作为混标液 A，精密吸取适量，70% 乙醇分别稀释 2、4、8、16、20 倍，作为混标液 B、C、D、E、F，精密吸取适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定。以成分质量浓度为横坐标（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	线性范围/ (μg·mL ⁻¹)	r
仙茅苷	Y=7.468 8×10 ⁴ X-938.8	2.16~43.20	0.999 4
仙茅苷乙	Y=6.148 3×10 ⁴ X+707.5	0.88~17.60	0.999 2
水晶兰苷	Y=1.222 2×10 ⁵ X-539.2	4.07~81.40	0.999 5
去乙酰基车叶草苷酸	Y=9.388 8×10 ⁴ X+981.2	2.49~49.80	0.999 3
朝藿定 A	Y=5.781 6×10 ⁴ X+386.9	1.31~26.20	0.999 1
朝藿定 B	Y=8.832 9×10 ⁴ X-845.3	2.78~55.60	0.999 6
朝藿定 C	Y=1.716 5×10 ⁶ X+367.1	5.19~103.80	0.999 4
淫羊藿苷	Y=1.349 1×10 ⁵ X-883.5	3.21~64.20	0.999 1
宝藿苷 I	Y=5.010 1×10 ⁴ X+603.7	2.08~41.60	0.999 3

2.5 方法学考察

2.5.1 精密度试验 取“2.2.3”项下对照品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定 6 次，记录峰面积，考察日内精密度；连续进样 6 d，每天 1 次，考察日间精密度。结果，仙茅苷、仙茅苷乙、

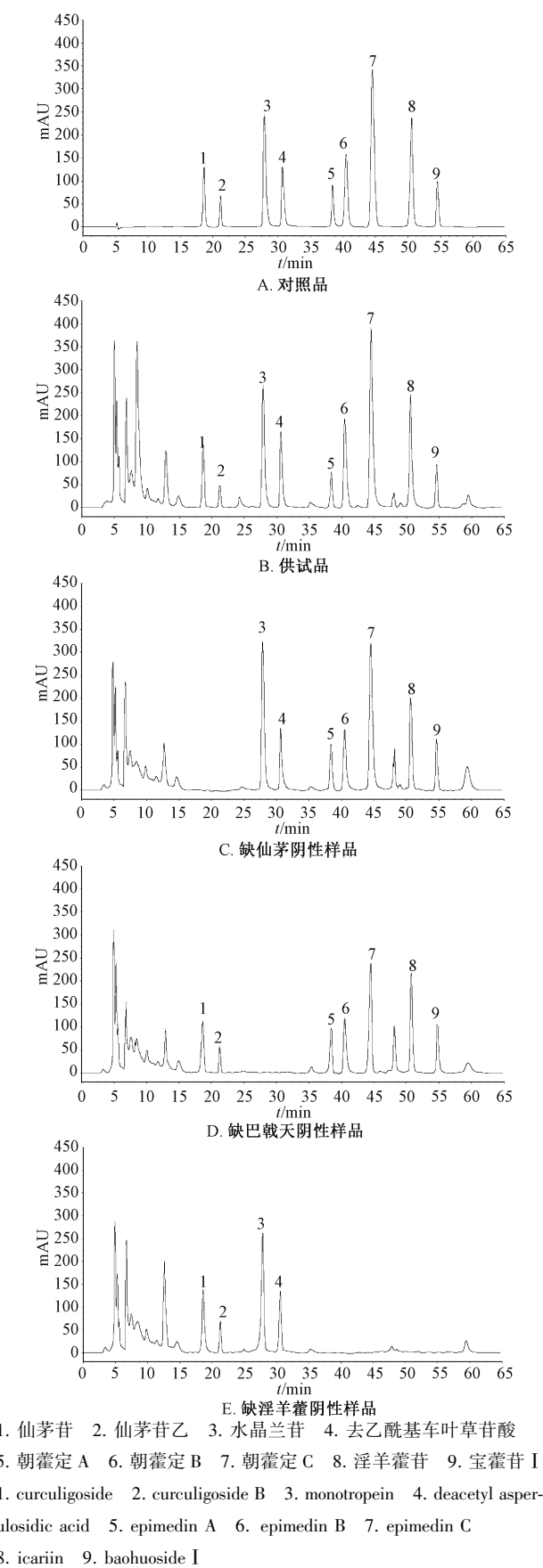


图 1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 日内峰面积 RSD 分别为 0.91%、1.13%、0.66%、0.80%、1.09%、0.87%、0.59%、0.64%、0.93%，日间峰面积 RSD 分别为 1.08%、1.27%、0.74%、0.85%、1.03%、0.99%、0.57%、0.72%、1.01%，表明该方法精密度良好。

2.5.2 重复性试验 取同一批片剂，按“2.2.1”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，测得仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 含有量 RSD 分别为 0.32%、1.54%、1.16%、1.23%、0.49%、1.30%、1.01%、0.76%、1.36%，表明该方法重复性良好。

2.5.3 稳定性试验 取同一批片剂，按“2.2.1”项下方法制备供试品溶液，室温下于 0、2、4、6、8、12 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 峰面积 RSD 分别为 0.88%、1.15%、0.69%、0.74%、1.06%、0.85%、0.57%、0.62%、1.09%，表明溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.5.4 加样回收率试验 取含有量已知的片剂适量，除去糖衣后研细，精密称取细粉 6 份，每份约 0.2 g，置于 50 mL 量瓶中，精密加入仙茅苷 (0.257 mg/mL)、仙茅苷乙 (0.098 mg/mL)、水晶兰苷 (0.553 mg/mL)、去乙酰基车叶草苷酸 (0.287 mg/mL)、朝藿定 A (0.151 mg/mL)、朝藿定 B (0.331 mg/mL)、淫羊藿苷 (0.394 mg/mL)、宝藿苷 I (0.227 mg/mL) 对照品溶液各 1.0 mL，以及朝藿定 C (0.353 mg/mL) 对照品溶液 2.0 mL，按“2.2.3”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，仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 平均加样回收率分别为 98.63%、97.13%、99.41%、98.38%、97.46%、98.49%、100.05%、99.19%、97.70%，RSD 分别为 1.18%、1.44%、0.86%、1.25%、1.52%、0.94%、0.85%、1.03%、1.32%。

2.6 相对校正因子计算 精密吸取“2.4”项下混标液适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，以淫羊藿苷为内标，计算其他 8 种成分相对校正因

子 $f_{k/s}$ ，公式为 $f_{k/s}=f_k/f_s=(W_kA_s)/(W_sA_k)$ （ W_k 分质量浓度， A_s 为其他成分峰面积），结果见
为内标质量浓度， A_k 为内标峰面积， W_s 为其他成 表 2。

表 2 各成分相对校正因子

Tab. 2 Relative correction factors of various constituents

混标液	仙茅苷	仙茅苷乙	水晶兰苷	去乙酰基车叶草苷酸	朝藿定 A	朝藿定 B	朝藿定 C	宝藿苷 I
F	0. 556 8	0. 454 5	0. 923 6	0. 693 0	0. 440 8	0. 652 0	1. 288 7	0. 368 5
E	0. 555 6	0. 443 2	0. 911 8	0. 695 3	0. 429 1	0. 645 5	1. 276 1	0. 372 5
D	0. 554 5	0. 451 8	0. 906 3	0. 699 5	0. 430 5	0. 658 0	1. 272 8	0. 366 8
C	0. 558 5	0. 469 9	0. 924 8	0. 707 1	0. 428 6	0. 676 7	1. 295 4	0. 381 2
B	0. 547 3	0. 456 2	0. 889 3	0. 691 1	0. 427 4	0. 640 7	1. 255 3	0. 369 4
A	0. 554 7	0. 455 6	0. 909 3	0. 696 9	0. 429 1	0. 657 1	1. 275 7	0. 371 7
平均值	0. 554 6	0. 455 2	0. 910 9	0. 697 2	0. 430 9	0. 655 0	1. 277 3	0. 371 7
RSD/%	0. 70	1. 89	1. 43	0. 82	1. 14	1. 92	1. 09	1. 37

2. 7 各因素对相对校正因子的影响
2. 7. 1 仪器、色谱柱 取“2. 2. 3”项下对照品 察 Agilent 1100、LC-20AT 色谱仪和 Kromasil C₁₈、
溶液适量，在“2. 1”项色谱条件下进样测定，考 Agilent TC-C₁₈、Diamonsil 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。

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	仙茅苷	仙茅苷乙	水晶兰苷	去乙酰基车叶草苷酸	朝藿定 A	朝藿定 B	朝藿定 C	宝藿苷 I
Agilent 1100	Kromasil C ₁₈	0. 554 9	0. 455 6	0. 911 5	0. 695 6	0. 432 5	0. 654 2	1. 277 8	0. 372 1
	Agilent TC-C ₁₈	0. 560 7	0. 449 7	0. 917 4	0. 701 9	0. 426 4	0. 637 6	1. 280 6	0. 380 4
	Diamonsil C ₁₈	0. 549 2	0. 451 2	0. 910 6	0. 688 1	0. 428 0	0. 644 3	1. 293 3	0. 375 3
LC-20AT	Kromasil C ₁₈	0. 551 9	0. 466 3	0. 925 7	0. 693 3	0. 427 6	0. 669 2	1. 270 4	0. 368 6
	Agilent TC-C ₁₈	0. 554 1	0. 450 1	0. 919 3	0. 701 6	0. 422 7	0. 642 5	1. 261 8	0. 368 2
	Diamonsil C ₁₈	0. 558 3	0. 447 6	0. 926 6	0. 690 2	0. 425 6	0. 656 8	1. 289 7	0. 372 5
	平均值	0. 554 8	0. 453 4	0. 918 5	0. 695 1	0. 427 1	0. 650 8	1. 278 9	0. 372 8
	RSD/%	0. 75	1. 51	0. 74	0. 83	0. 76	1. 78	0. 92	1. 22

2. 7. 2 体积流量 取“2. 2. 3”项下对照品溶液 积流量 0. 8、0. 9、1. 0 mL/min 对相对校正因子的
适量，在“2. 1”项色谱条件下进样测定，考察体 影响，结果见表 4，可知均无明显影响。

表 4 不同体积流量对相对校正因子的影响

Tab. 4 Effects of different volume flow rates on relative correction factors

体积流量/(mL·min ⁻¹)	仙茅苷	仙茅苷乙	水晶兰苷	去乙酰基车叶草苷酸	朝藿定 A	朝藿定 B	朝藿定 C	宝藿苷 I
0. 8	0. 553 9	0. 456 3	0. 903 7	0. 694 2	0. 428 6	0. 659 7	1. 271 5	0. 374 5
0. 9	0. 556 1	0. 454 7	0. 918 4	0. 698 1	0. 432 7	0. 654 3	1. 278 4	0. 371 2
1. 0	0. 548 6	0. 452 8	0. 921 6	0. 701 5	0. 436 1	0. 642 6	1. 289 7	0. 368 9
平均值	0. 552 9	0. 454 6	0. 914 6	0. 697 9	0. 432 5	0. 652 2	1. 279 9	0. 371 5
RSD/%	0. 70	0. 39	1. 04	0. 52	0. 87	1. 34	0. 72	0. 76

2. 7. 3 柱温 取“2. 2. 3”项下对照品溶液适量， 30、35 ℃对相对校正因子的影响，结果见表 5，可
在“2. 1”项色谱条件下进样测定，考察柱温 25、 知均无明显影响。

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/℃	仙茅苷	仙茅苷乙	水晶兰苷	去乙酰基车叶草苷酸	朝藿定 A	朝藿定 B	朝藿定 C	宝藿苷 I
25	0. 552 6	0. 456 1	0. 915 3	0. 701 9	0. 437 6	0. 651 8	1. 269 4	0. 369 2
30	0. 558 1	0. 454 9	0. 908 7	0. 697 6	0. 429 5	0. 657 3	1. 278 1	0. 372 4
35	0. 553 7	0. 452 8	0. 893 8	0. 683 4	0. 431 4	0. 660 2	1. 271 9	0. 378 5
平均值	0. 554 8	0. 454 6	0. 905 9	0. 694 3	0. 432 8	0. 656 4	1. 273 1	0. 373 4
RSD/%	0. 52	0. 37	1. 22	1. 39	0. 98	0. 65	0. 35	1. 27

2. 8 色谱峰定位 本实验采用相对保留值法对待 器、色谱柱下各成分相对保留值无明显差异。
测成分色谱峰进行定位，结果见表 6，可知不同仪

表 6 各成分相对保留值

Tab. 6 Relative retention values of various constituents

仪器	色谱柱	仙茅苷	仙茅苷乙	水晶兰苷	去乙酰基车叶草苷酸	朝藿定 A	朝藿定 B	朝藿定 C	宝藿苷 I
Agilent 1100	Kromasil C ₁₈	0.368 8	0.418 3	0.551 5	0.606 4	0.759 7	0.801 2	0.880 2	1.077 6
	Agilent TC-C ₁₈	0.369 3	0.418 7	0.553 2	0.607 8	0.760 4	0.802 7	0.881 6	1.080 7
	Diamonsil C ₁₈	0.371 2	0.420 5	0.553 1	0.609 2	0.761 8	0.803 4	0.882 2	1.081 3
LC-20AT	Kromasil C ₁₈	0.366 1	0.410 9	0.548 3	0.592 7	0.750 3	0.795 1	0.871 9	1.061 4
	Agilent TC-C ₁₈	0.367 6	0.417 2	0.549 9	0.601 8	0.757 6	0.800 4	0.875 2	1.071 9
	Diamonsil C ₁₈	0.370 7	0.427 5	0.558 4	0.619 2	0.768 5	0.809 7	0.893 5	1.098 1
	平均值	0.368 9	0.418 8	0.552 4	0.606 2	0.759 7	0.802 1	0.880 8	1.078 5
RSD/%		0.52	1.28	0.63	1.44	0.78	0.59	0.84	1.12

2.9 样品含有量测定 取 3 批片剂（批号 161002、161103、170107）适量，按“2.2.1”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 7，可知 2 种方法所得结果无明显差异，相对平均偏差（RAD）均<2%。

表 7 各成分含有量测定结果（mg/g）

Tab. 7 Results of content determination of various constituents（mg/g）

批号	淫羊藿苷		仙茅苷		仙茅苷乙			水晶兰苷			去乙酰基车叶草苷酸		
	外标法	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/%	外标法	一测多评法	RAD/%
161002	1.968	1.275	1.286	0.43	0.471	0.479	0.84	2.756	2.732	0.44	1.437	1.408	1.02
161103	1.783	1.336	1.308	1.06	0.403	0.414	1.35	3.024	3.006	0.30	1.641	1.603	1.17
170107	2.159	1.152	1.166	0.60	0.537	0.527	0.94	2.620	2.674	1.02	1.469	1.431	1.31

批号	朝藿定 A			朝藿定 B			朝藿定 C			宝藿苷 I		
	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/%	外标法	一测多评法	RAD/%
161002	0.749	0.738	0.74	1.672	1.645	0.81	3.516	3.484	0.46	1.134	1.112	0.98
161103	0.643	0.626	1.34	1.593	1.565	0.89	3.342	3.300	0.63	1.303	1.287	0.62
170107	0.858	0.852	0.35	1.927	1.911	0.42	4.037	4.003	0.42	1.038	1.066	1.33

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法选择 本实验考察了提取溶剂（50%乙醇^[2-3,7,9-12]、70%乙醇^[5,13]、乙醇、50%甲醇、甲醇^[4,10]）、提取方式（超声^[2,5,7,9-10]、加热回流^[3-4,8]）对待测成分提取效果的影响，发现以 70%乙醇为提取溶剂时综合提取效率最佳，而超声、加热回流提取所得结果差异不大，但前者更方便稳定。然后，又考察了提取时间（15、30、60 min）对提取效率的影响，同时对超声功率、频率也进行了不断摸索。最终确定，供试品溶液制备方法为以 70%乙醇为提取溶剂，超声（100 W、40 kHz）30 min。

3.2 流动相选择 本实验以待测成分峰形及分离效果、色谱图基线平稳情况、出峰时间为指标，考察了乙腈-水^[2-3,7,9-11,13]、甲醇-0.1%磷酸^[5,10]、乙腈-0.1%冰醋酸流动相体系^[4,8]，并对流动相洗脱比例进行了不断摸索。最终确定，以乙腈-0.1%冰醋酸为流动相，在“2.1”项色谱条件下梯度洗脱。

4 结论

中成药复方制剂具有多成分、多靶点、协同作用的特点，单一成分难以实现对其整体质量的评价和控制，故多指标质量控制已成为的必然趋势，但它又存在对照品使用量大、单体不稳定或价格昂贵、检验成本高等问题。一测多评法根据中药不同有效成分之间存在的内在函数关系和比例，通过测定某 1 种性质稳定、对照品价廉的成分来实现多种成分的同步测定，可大大降低检验成本，提高检测结果准确性。本实验采用该方法同时测定参芪二仙片中仙茅苷、仙茅苷乙、水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸、朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C、淫羊藿苷、宝藿苷 I 的含有量，所建立的相对校正因子可信度较高，而且该方法简便准确，可为提高该制剂质量标准提供有力的数据支持。

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（中药成方制剂第二十册）[S]. 北京：人民卫生出版社，1998：156.

[2]

赵玉华, 崔晓娟, 樊 萍, 等. 参芪二仙片质量标准研究[J]. 中国医药导报, 2011, 8(31): 74-75, 80.

[3]

杨国振, 刘鹏鸣, 冯 云. 高效液相色谱法测定参芪二仙片中淫羊藿的含量[J]. 陕西中医, 2005, 26(2): 173-174.

[4]

曾 倩, 纪 晖. 反相高效液相色谱法同时测定不同产地仙茅中仙茅苷和仙茅苷乙的含量[J]. 药学实践杂志, 2010, 28(3): 196-198.

[5]

王玉磊, 崔翰明, 黄世敬, 等. HPLC 测定不同产地和批次巴戟天中主要环烯醚萜苷含量[J]. 中药材, 2011, 34(8): 1187-1190.

[6]

陈丽桦, 李汉成, 杨宇恒, 等. 非生物诱导子对巴戟天不定根中水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸含量的影响[J]. 今日药学, 2017, 27(5): 316-318, 325.

[7]

马清娟, 王 晶, 韩 凌, 等. HPLC 法同时测定淫羊藿药材中 8 种黄酮类成分的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2014, 31(12): 970-978.

[8]

邢 婧, 任 红, 汪 轩, 等. HPLC 法同时测定淫羊藿-川芎药对 8 种化学成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(6): 960-965.

[9]

于 霄, 宋 静, 熊志立, 等. 一测多评法测定淫羊藿中朝藿定 A、朝藿定 B、朝藿定 C 及淫羊藿苷的含量[J]. 中国中药杂志, 2010, 35(24): 3310-3313.

[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: 81-82, 102, 327.

[11]

徐文芬, 杨 雯, 何顺志, 等. 一测多评法测定淫羊藿中淫羊藿苷和朝藿定 A、B、C[J]. 中草药, 2016, 47(1): 130-137.

[12]

秦伟瀚, 刘 翔, 张 军, 等. 不同产地 15 个品种淫羊藿的质量评价[J]. 中成药, 2017, 39(9): 1889-1895.

[13]

黄小鸥, 韦瑀龙, 蓝晓庆, 等. HPLC 法同时测定固本补肾口服液 3 种黄酮[J]. 中成药, 2017, 39(8): 1730-1732.

三叉苦质量标准的研究

甘杰华¹, 严 萍^{1*}, 马 庆², 韩正洲², 詹若挺¹

(1. 广州中医药大学中药资源科学与工程研究中心, 岭南中药资源教育部重点实验室, 国家中成药工程技术研究中心南药研发实验室, 广东 广州 510006; 2. 华润三九医药股份有限公司, 广东 深圳 518002)

摘要: **目的** 建立三叉苦 *Melicope pteleifolia* (Champion ex Benth) T. G. Hartley 的质量标准。**方法** TLC 法定性鉴别 20 批样品;《中国药典》方法测定水分、浸出物、总灰分、酸不溶性灰分含有量; HPLC 法测定 *N*-反式-对香豆酰酪胺、茵芋碱、白鲜碱、吴茱萸春碱含有量。**结果** TLC 斑点清晰, 分离度良好; 20 批样品中水分、浸出物、总灰分、酸不溶性灰分含有量范围分别为 3.68%~8.83%、3.28%~7.29%、0.89%~1.41%、0.02%~0.13%; 4 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r\geq 0.999\ 7$), 平均加样回收率 96.95%~103.16%, RSD 1.60%~1.92%。**结论** 该方法稳定可靠, 可用于三叉苦的质量控制。

关键词: 三叉苦; *N*-反式-对香豆酰酪胺; 茵芋碱; 白鲜碱; 吴茱萸春碱; TLC; HPLC

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2019)03-0511-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.03.006

Quality standard for *Melicope pteleifolia*

GAN Jie-hua¹, YAN Ping^{1*}, MA Qing², HAN Zheng-zhou², ZHAN Ruo-ting¹

(1. Ministry of Education Key Laboratory for Chinese Medicinal Resources from Lingnan; Laboratory for Research and Development of Southern Medicinal Plants, National Engineering and Technology Research Center for Chinese Traditional Patent Medicines; Science and Engineering Research Center for Chinese Herbal Resources, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006, China; 2. China Resources Sanjiu Medical & Pharmaceutical Co., Ltd., Shenzhen 518002, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for *Melicope pteleifolia* (Champion ex Benth) T. G.

收稿日期: 2018-03-22

基金项目: 国家中药标准化项目 (国中医药办科技函 [2015] 125); 广东省普通高校创新团队项目 (2016KYTD02)

作者简介: 甘杰华 (1991—), 男, 硕士生, 从事中药质量评价与研究。E-mail: 2575595876@qq.com

*** 通信作者:** 严 萍 (1976—), 女, 副研究员, 从事中药质量评价与研究。E-mail: ycyyp22@163.com