

[质 量]

一测多评法同时测定养阴镇静片中8种成分

沈静琳¹, 丁莹²

(1. 江西医学高等专科学校药理学系, 江西 上饶 334000; 2. 广东药科大学医药化工学院, 广东 中山 528458)

摘要: 目的 建立一测多评法同时测定养阴镇静片(麦冬、地黄、茯苓等)中麦冬甲基黄酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮Ⅱ_A的含有量。方法 该药物70%甲醇提取液的分析采用Hypersil ODS-C₁₈色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.1%磷酸, 梯度洗脱; 体积流量0.8 mL/min; 柱温30℃; 检测波长210、280、296 nm。以丹参酮Ⅱ_A为内标, 计算其他7种成分的相对校正因子, 测定其含有量。结果 8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96.89%~100.05%, RSD 0.60%~1.34%。一测多评法所得结果与外标法接近。结论 该方法稳定可靠, 可用于养阴镇静片的质量控制。

关键词: 养阴镇静片; 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)06-1227-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.06.006

Simultaneous determination of eight constituents in Yangyin Zhenjing Tablets by QAMS

SHEN Jing-lin¹, DING Ying²

(1. Department of Pharmacy, Jiangxi Medical College, Shangrao 334000, China; 2. Medical Institute for Chemical Industry, Guangdong Pharmaceutical University, Zhongshan 528458, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of methylpogonone A, methylpogonone B, catalpol, dehydrotumulosic acid, dehydropachymic acid, pachymic acid, danshensu and tanshinone II A in Yangyin Zhenjing Tablets (*Ophiopogonis Radix*, *Rehmanniae Radix*, *Poria*, etc.). **METHODS** The analysis of 70% methanol extract of this drug was performed on a 30℃ thermostatic Hypersil ODS-C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% phosphoric acid (B) flowing at 0.8 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 210, 280, 296 nm. Tanshinone II A 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 ($r>0.999\ 0$), whose average recoveries were 96.89%–100.05% with the RSDs of 0.60%–1.34%. The results obtained by QAMS approximated those obtained by external standard method. **CONCLUSION** This stable and reliable method can be used for the quality control of Yangyin Zhenjing Tablets.

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

养阴镇静片收载于《中药成方制剂制剂(第二册)》^[1], 由麦冬、地黄、茯苓、丹参等14味药材加工而成, 具有滋阴养血、镇惊安神的疗效,

临床上用于心血不足、怔神健忘、心烦不安、心悸失眠等病症, 方中地黄、玄参、麦冬、五味子滋阴生津润燥, 为君药; 附以茯苓、丹参、柏子仁、远

收稿日期: 2018-08-16

作者简介: 沈静琳(1981—), 女, 硕士, 讲师, 从事中药质量分析研究工作。Tel: 13755389367, E-mail: jiangxisrsjl@126.com

志、首乌藤养心安神定惊，当归、党参气血调补，珍珠母、朱砂平肝潜阳，桔梗宣肺利咽，共奏补血养心、滋阴降火、镇惊安神之效。现代研究表明，养阴镇静片具有中枢抑制作用，对更年期失眠症、阴虚火旺引起的神经衰弱等病症疗效显著^[2-4]，但现行质量标准未对方中任何成分进行含有量测定，文献[5]也仅针对了阿魏酸。

为了全面有效地控制养阴镇静片质量，确保有效性，本实验参考中药质量标志物确定原则^[6-7]，根据中药制剂在中医理论指导下组方配伍的原理，结合君药为主，臣、佐、使兼顾的原则，选择主要药材麦冬、地黄、茯苓、丹参作为研究对象，以丹参酮Ⅱ_A为内标，采用一测多评法同时测定麦冬甲基黄烷酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮Ⅱ_A的含有量，为该制剂质量控制提供参考。

1 材料

Waters 2695型高效液相色谱仪（美国Waters公司）；AL204型电子天平（瑞士Mettler-Toledo公司）；KQ-250E型超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。养阴镇静片（每片重0.3g，批号20170403、20170901、20180101）购自吉林亚泰明星制药有限公司。梓醇（110808-201711）、丹参酮Ⅱ_A（110766-201721）对照品购自中国食品药品检定研究院；麦冬甲基黄烷酮A（74805-92-8）、甲基麦冬二氢高异黄酮B（74805-91-7）对照品购自江苏永健医药科技有限公司；去氢土莫酸（6754-16-1）、去氢茯苓酸（77012-31-8）对照品购自南京森贝伽生物科技有限公司；茯苓酸（29070-92-6）、丹参素（22681-72-7）对照品购自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 Hypersil ODS-C₁₈色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μm）；流动相乙腈（A）-0.1%磷酸（B），梯度洗脱（0~15 min，26.0% A；15~23 min，26.0%→38.0% A；23~31 min，38.0%→42.0% A；31~49 min，42.0%→77.0% A；49~63 min，77.0%→85.0% A；63~70 min，85.0%→26.0% A）；0~23 min时在296 nm^[8]波长下检测麦冬甲基黄烷酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B，23~49 min时在210 nm^[9-13]波长下检测梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸，49~70 min时在280 nm^[14-15]波长下检测丹参素、丹参酮Ⅱ_A；体积流量0.8 mL/min；柱温30℃；进样量10 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取麦冬甲基黄烷酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮Ⅱ_A对照品适量，70%甲醇制成质量浓度分别为0.212、0.196、0.978、0.534、0.306、0.622、0.718、1.294 mg/mL的贮备液，分别精密吸取2.5 mL置于同一50 mL量瓶中，70%甲醇稀释至刻度，制成质量浓度分别为10.6、9.8、48.9、26.7、15.3、31.1、35.9、64.7 μg/mL的溶液，即得。

2.2.2 供试品溶液 取片剂适量，除去糖衣，研成细粉，混匀，精密称取3.0 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入25 mL 70%甲醇，称定质量，超声提取（250 W、40 kHz）30 min，擦干外壁，放冷，70%甲醇补足减失的质量，摇匀，0.45 μm微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

2.2.3 阴性样品溶液 按片剂质量标准项下的处方和制法，分别制备不含麦冬、地黄、茯苓、丹参的阴性样品，按“2.2.2”项下方法制备，即得。

2.3 方法学考察

2.3.1 系统适用性试验与专属性考察 精密吸取“2.2.1”~“2.2.3”项下供试品、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，各成分与相邻色谱峰的分离度均大于1.5，理论塔板数按各成分计均不低于4 000。

2.3.2 线性关系考察 精密吸取“2.2.1”项下贮备液适量，70%甲醇分别制成6个20倍质量浓度差的线性溶液，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。

2.3.3 精密度试验 取“2.2.1”项下对照品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定6次，测得麦冬甲基黄烷酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮Ⅱ_A峰面积RSD分别为1.15%、1.09%、0.70%、0.89%、0.95%、0.84%、0.76%、0.57%，表明仪器精密度良好。

2.3.4 重复性试验 取同一批片剂6份，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得麦冬甲基黄烷酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮Ⅱ_A含有量RSD

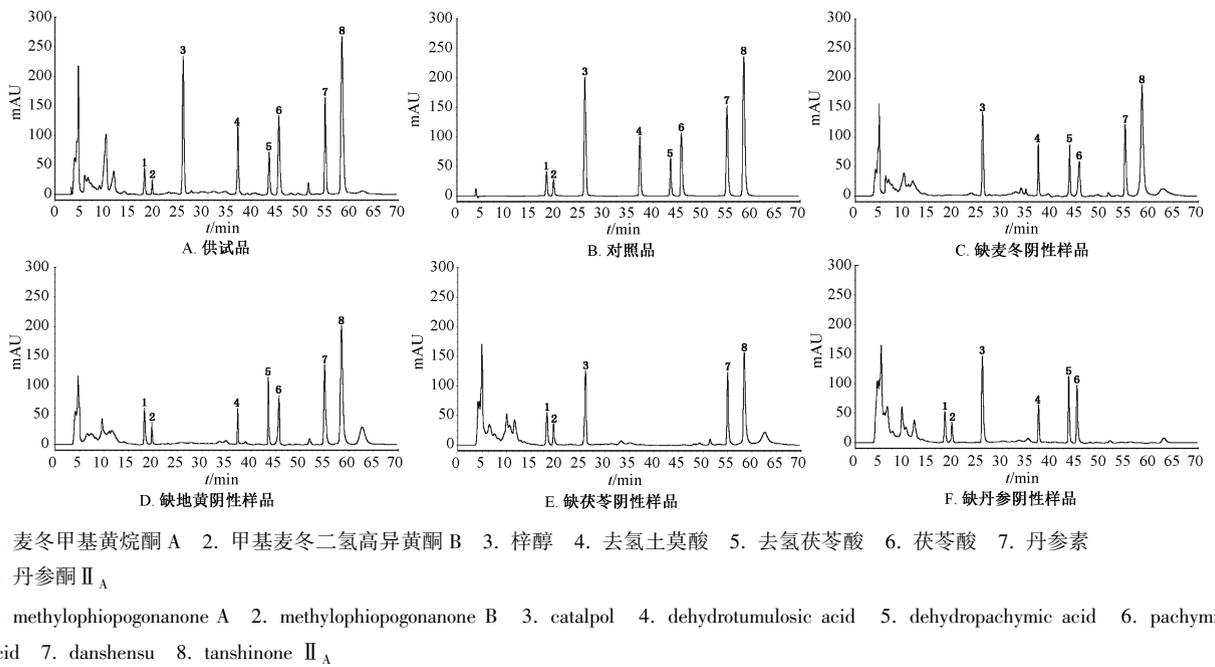


图1 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

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/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	r
麦冬甲基黄烷酮 A	$Y=7.4353\times 10^4 X-685.0$	1.06~21.20	0.999 3
甲基麦冬二氢高异黄酮 B	$Y=4.1624\times 10^4 X+276.9$	0.98~19.60	0.999 1
梓醇	$Y=1.3811\times 10^5 X-968.7$	4.89~97.80	0.999 7
去氢土莫酸	$Y=8.9120\times 10^4 X-568.6$	2.67~53.40	0.999 3
去氢茯苓酸	$Y=6.7526\times 10^4 X+932.5$	1.53~30.60	0.999 2
茯苓酸	$Y=8.6269\times 10^4 X-775.4$	3.11~62.20	0.999 6
丹参素	$Y=1.1160\times 10^5 X+605.2$	3.59~71.80	0.999 4
丹参酮 II _A	$Y=1.4049\times 10^5 X-258.6$	6.47~129.40	0.999 1

分别为 1.82%、0.97%、1.38%、0.75%、1.63%、1.72%、0.39%、1.44%，表明该方法重复性良好。
2.3.5 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，测得麦冬甲基黄烷酮 A、甲基麦冬二氢高异黄酮 B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮 II_A 峰面积 RSD 分别为 1.17%、1.19%、0.66%、0.89%、0.90%、0.87%、1.74%、0.59%，表明溶液在 16 h 内稳定性良好。

2.3.6 加样回收率试验 取含有量已知的片剂(批号 20170403)，除去糖衣，研成细粉，混匀，精密称取 6 份，每份约 1.5 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入对照品溶液 (0.137 mg/mL 麦冬甲基黄烷酮 A、0.104 mg/mL 甲基麦冬二氢高异黄酮 B、0.711 mg/mL 梓醇、0.339 mg/mL 去氢土莫酸、

0.231 mg/mL 去氢茯苓酸、0.416 mg/mL 茯苓酸、0.479 mg/mL 丹参素、0.994 mg/mL 丹参酮 II_A) 各 1.0 mL，按“2.2.2”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，麦冬甲基黄烷酮 A、甲基麦冬二氢高异黄酮 B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮 II_A 的平均加样回收率 (RSD) 分别为 98.08% (1.17%)、96.89% (1.34%)、99.03% (0.84%)、98.49% (1.14%)、97.91% (1.25%)、99.21% (1.06%)、99.60% (0.83%)、100.05% (0.60%)。

2.4 相对校正因子计算 精密吸取“2.3.2”项下线性溶液适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，以丹参酮 II_A 为内标，计算其他 7 种成分的相对校正因子 $f_{k/s}$ ，公式为 $f_{k/s} = f_k/f_s = (W_k A_s) /$

($W_s A_k$) (W_k 为其他成分质量浓度, A_k 为其他成分峰面积, W_s 为内标质量浓度, A_s 为内标峰面积), 结果见表 2。

表 2 各成分相对校正因子

Tab. 2 Relative correction factors of various constituents

线性溶液	相对校正因子						
	麦冬甲基黄烷酮 A	甲基麦冬二氢高异黄酮 B	梓醇	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸	丹参素
6#	1.875 4	3.383 0	1.003 6	1.586 1	2.074 5	1.635 0	1.243 3
5#	1.879 4	3.469 5	1.005 6	1.580 7	2.079 0	1.651 1	1.251 2
4#	1.883 0	3.403 6	1.022 7	1.571 4	2.072 0	1.619 9	1.258 5
3#	1.891 0	3.305 2	0.986 1	1.557 4	2.056 6	1.578 0	1.237 7
2#	1.908 4	3.371 5	1.042 6	1.590 8	2.086 6	1.664 2	1.276 5
1#	1.886 2	3.377 0	1.012 6	1.574 1	2.078 5	1.622 7	1.255 4
平均值	1.887 2	3.385 0	1.012 2	1.576 7	2.074 5	1.628 5	1.253 7
RSD/%	0.92	1.57	1.89	0.75	0.49	1.84	1.08

2.5 相对校正因子重复性试验 精密吸取“2.2.1”项下对照品溶液适量, 在“2.1”项色谱条件下进样测定, 考察 Waters 2695、LC-2010 色谱仪和 Hypersil ODS-C₁₈、Agilent Zorbax SB 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	相对校正因子						
		麦冬甲基黄烷酮 A	甲基麦冬二氢高异黄酮 B	梓醇	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸	丹参素
Waters 2695	Hypersil ODS-C ₁₈	1.881 9	3.386 1	1.028 4	1.573 8	2.078 6	1.620 8	1.252 5
	Agilent Zorbax SB C ₁₈	1.859 3	3.417 7	1.043 7	1.590 5	2.076 0	1.612 3	1.261 9
	Diamonsil C ₁₈	1.863 7	3.395 6	1.021 9	1.589 6	2.055 1	1.663 5	1.280 3
LC-2010	Hypersil ODS-C ₁₈	1.865 2	3.367 3	0.996 4	1.575 1	2.083 3	1.659 1	1.274 6
	Agilent Zorbax SB C ₁₈	1.898 8	3.395 9	1.040 8	1.582 9	2.079 2	1.604 0	1.263 8
	Diamonsil C ₁₈	1.876 6	3.409 0	1.025 5	1.560 4	2.052 7	1.636 6	1.251 0
平均值	—	1.874 2	3.395 3	1.026 1	1.578 7	2.070 8	1.632 7	1.264 0
RSD/%	—	0.79	0.52	1.65	0.72	0.64	1.51	0.92

2.6 色谱峰定位 以丹参酮 II_A 为内标, 采用相对保留值法考察其他 7 种成分在不同色谱仪、色谱柱下与内标的相对保留值, 结果见表 4, 可知均无明显影响。

表 4 各成分相对保留值

Tab. 4 Relative retention values of various constituents

仪器	色谱柱	相对保留值						
		麦冬甲基黄烷酮 A	甲基麦冬二氢高异黄酮 B	梓醇	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸	丹参素
Waters 2695	Hypersil ODS-C ₁₈	0.311 8	0.336 3	0.447 0	0.637 2	0.743 9	0.782 6	0.941 6
	Agilent Zorbax SB C ₁₈	0.310 2	0.328 9	0.439 6	0.631 1	0.741 5	0.780 4	0.935 2
	Diamonsil C ₁₈	0.312 7	0.340 5	0.448 6	0.639 9	0.745 3	0.796 9	0.943 7
LC-2010	Hypersil ODS-C ₁₈	0.309 7	0.324 6	0.441 9	0.634 3	0.740 7	0.779 8	0.935 9
	Agilent Zorbax SB C ₁₈	0.312 6	0.337 9	0.448 1	0.641 5	0.748 2	0.786 7	0.942 8
	Diamonsil C ₁₈	0.308 4	0.329 1	0.442 9	0.634 6	0.741 4	0.772 1	0.931 5
平均值	—	0.310 9	0.332 9	0.444 7	0.636 4	0.743 5	0.783 1	0.938 5
RSD/%	—	0.56	1.87	0.84	0.61	0.39	1.06	0.53

2.7 样品含有量测定 取 3 批片剂 (批号 20170403、20170901、20180101), 按“2.2.2”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 5, 可知 2 种方法无明显差异, 相

对平均偏差 (RAD) 均 < 2.0%。

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法选择 本实验首先考察了 50% 甲醇、70% 甲醇^[14]、甲醇^[8-13,16] 对养阴镇静片中麦冬甲基黄烷酮 A、甲基麦冬二氢高异黄酮

表5 各成分含有量测定结果 (mg/g, n=3)

Tab. 5 Results of content determination of various constituents (mg/g, n=3)

批号	丹参酮 II _A				麦冬甲基黄烷酮 A				甲基麦冬二氢高异黄酮 B				梓醇		
	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/%	外标法	一测多评法	RAD/%
20170403	0.665	0.091	0.088	1.68	0.068	0.067	0.74	0.473	0.479	0.63					
20170901	0.570	0.103	0.101	0.98	0.077	0.079	1.28	0.431	0.439	0.92					
20180101	0.758	0.079	0.081	1.25	0.059	0.061	1.67	0.490	0.472	1.87					

批号	去氢土莫酸			去氢茯苓酸			茯苓酸			丹参素		
	外标法	一测多评法	RAD/%									
20170403	0.227	0.221	1.34	0.152	0.158	1.94	0.276	0.272	0.73	0.319	0.311	1.27
20170901	0.245	0.236	1.87	0.171	0.177	1.72	0.236	0.240	0.84	0.289	0.279	1.76
20180101	0.206	0.210	0.96	0.136	0.138	0.73	0.287	0.281	1.06	0.363	0.355	1.11

B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮 II_A 综合提取效率的影响,发现以70%甲醇为溶剂时效果优于50%甲醇(去氢土莫酸、丹参酮 II_A 提取率较低)、甲醇(丹参素提取率较低)。然后,考察了提取方法(超声^[8-14]、加热回流^[9])和提取时间(15、30^[9-12]、45 min^[8,15-16]),发现2种方法提取30、45 min对各成分提取率影响相当,均明显高于提取15 min时的去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸,可能与养阴镇静片制备工艺中茯苓粉碎后以细粉入药,麦冬、地黄、丹参提取后入药有关。综合以上结果,同时考虑操作便捷性和可重复性,确定70%甲醇超声30 min作为供试品溶液制备方法。

3.2 流动相体系选择 本实验首先考察了甲醇-水、乙腈-水^[8,16],发现后者洗脱能力强,分离速度较快,但茯苓酸、去氢茯苓酸色谱峰存在拖尾现象,梓醇色谱峰与杂质峰之间的分离度不理想。在此基础上,又考察了乙腈-0.05%磷酸^[12-13]、乙腈-0.1%磷酸^[9-10]、乙腈-0.2%磷酸体系,最终选择乙腈-0.1%磷酸作为流动相。

4 结论

近年来,多指标成分定量控制已成为中成药复方制剂质量评价的发展趋势,一测多评法利用中药有效成分之间存在的内在函数和比例关系,通过测定其中1种质量稳定、对照品易得成分来实现多种成分的同时测定,有效解决了相关分析中对对照品需求量大、检验成本高的弊端,已得到普遍应用^[17-18]。本实验建立一测多评法同时测定养阴镇静片中麦冬甲基黄烷酮 A、甲基麦冬二氢高异黄酮 B、梓醇、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸、丹参素、丹参酮 II_A 的含有量,发现该方法稳定可靠,所得结果与外标法接近,可为该制剂质量标准全面提高和有效评价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(中药成方制剂第二册)[S]. 北京:人民卫生出版社,1990:190.
- [2] 刘玉玲,陈光晖,刘喜刚,等. 养阴镇静片对中枢神经系统作用研究[J]. 承德医学院学报,2001,18(4):279-280.
- [3] 李伟珍,杨琪,林玉燕. 养阴镇静片治疗更年期失眠症疗效观察[J]. 中国药物经济学,2013,8(2):94-95.
- [4] 胡广林,国敏,吴崇胜. 养阴镇静片治疗神经衰弱108例[J]. 陕西中医,2008,29(5):518-519.
- [5] 高晓燕,孟艳彬,赵春颖. 养阴镇静片中阿魏酸的含量测定[J]. 中国现代应用药学杂志,2003,20(6):501-502.
- [6] 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.
- [7] 张铁军,许浚,韩彦琪,等. 中药质量标志物(Q-marker)研究:延胡索质量评价及质量标准研究[J]. 中草药,2016,47(9):1458-1467.
- [8] 吴发明,杨瑞山,张思荻,等. 高效液相色谱法同时测定麦冬中3个黄酮成分的含量[J]. 中国药理学杂志,2016,51(8):655-658.
- [9] 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,2015:76-77,124-125,155-156,240-241.
- [10] 邱建国,张汝学,贾正平,等. HPLC法测定地黄、不同提取物及熟地黄中的梓醇[J]. 中国实验方剂学杂志,2010,16(1):23-25.
- [11] 陈新贵. HPLC法测定不同来源地黄中梓醇的含量[J]. 安徽医药,2012,16(7):910-911.
- [12] 张靓琦,贾英,罗洁,等. 超高效液相色谱法同时测定茯苓中去氢土莫酸等6种活性成分的含量[J]. 中国药理学杂志,2012,47(13):1080-1083.
- [13] 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]. 药学报,2010,45(4):494-497.
- [14] 翟学佳,徐锦凤. 高效液相色谱法同时测定丹参药材水溶性和脂溶性成分的含量[J]. 医药导报,2009,28(10):1345-1348.

- [15] 程 沛, 韩东岐, 胡伟慧, 等. 高效液相色谱法同时测定丹参中 10 种水溶性和 4 种脂溶性成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(6): 991-996.
- [16] 吴发明, 张思荻, 曾 俊, 等. HPLC-ELSD 法测定不同产地麦冬中 4 种代表性成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2016, 36(8): 1370-1376.
- [17] 柴士伟, 屠亚茹, 王兴蕊, 等. 一测多评法同时测定胃力康颗粒中 7 种成分的含量[J]. 天津中医药, 2016, 33(4): 241-244.
- [18] 刘志辉, 顾 玮, 常星洁, 等. “一测多评”法测定麦贞花颗粒中不同类型成分的含有量[J]. 中成药, 2012, 34(12): 2342-2347.

八味龙钻颗粒 HPLC 指纹图谱建立及 7 种成分测定

陆敏灵¹, 覃洁萍^{1*}, 罗宇东², 谭红声¹, 梁梓敏¹, 郭海姣¹

(1. 广西中医药大学药学院, 广西南宁 530001; 2. 广西中医药大学制药厂, 广西南宁 530023)

摘要: 目的 建立八味龙钻颗粒(飞龙掌血、大钻、九龙藤等) HPLC 指纹图谱, 并测定没食子酸、原儿茶酸、青藤碱、红景天苷、儿茶素、橙皮苷、补骨脂素的含量。方法 该药物 70% 甲醇提取液的分析采用 Phenomenex Gemini C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.1% 磷酸, 梯度洗脱; 体积流量 1 mL/min; 检测波长 245、270 nm; 柱温 30 ℃。结果 10 批样品指纹图谱中有 12 个共有峰, 相似度大于 0.989。7 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 98.5%~103.6%, RSD 0.92%~1.7%。结论 该方法简便快速, 准确可靠, 可用于八味龙钻颗粒的质量控制。

关键词: 八味龙钻颗粒; 指纹图谱; 化学成分; HPLC

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)06-1232-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.06.007

Establishment of HPLC fingerprints of Bawei Longzuan Granules and determination of seven constituents

LU Min-ling¹, QIN Jie-ping^{1*}, LUO Yu-dong², TAN Hong-sheng¹, LIANG Zi-min¹, GUO Hai-jiao¹

(1. College of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China; 2. Pharmaceutical Factory, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530023, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the HPLC fingerprints of Bawei Longzuan Granules [*Toddalia asiatica* Lam., *Kadsura coccinea* (Lem.) A. C. Smith, *Bauhinia championii* (Benth.) Benth., etc.] and to determine the contents of gallic acid, protocatechuic acid, sinomenine, salidroside, (+)-catechin, hesperidin and psoralen. **METHODS** The analysis of 70% methanol extract of this drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Phenomenex Gemini C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.1% phosphoric acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 245, 270 nm. **RESULTS** There were twelve common peaks in the fingerprints of ten batches of samples with the similarities of more than 0.989. Seven constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r>0.999\ 0$), whose average recoveries were 98.5%–103.6% with the RSDs of 0.92%–1.7%. **CONCLUSION**

收稿日期: 2018-07-24

基金项目: 广西科技重点研发计划项目(桂科 AB16380186); 广西高校壮医药基础与应用研究重点实验室(厅级)科研课题(桂教科研[2016]6 zfyf201608); 广西高校中药提取纯化与质量分析重点实验室(桂教科研[2014]6)

作者简介: 陆敏灵(1990—), 女, 硕士生, 从事中药成分分析与质量控制研究。Tel: 15676119372, E-mail: 694027445@qq.com

* 通信作者: 覃洁萍(1962—), 女, 教授, 硕士生导师, 从事中药分析与质量控制研究。Tel: 15177175610, E-mail: 594724071@qq.com