

[质 量]

一测多评法同时测定肾舒颗粒中 9 种成分

袁芳杰¹, 吴明波², 谭丙寅^{1*}
(1. 武汉市第四医院, 湖北 武汉 430034; 2. 武汉启瑞药业有限公司, 湖北 武汉 430062)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定肾舒颗粒(淡竹叶、大青叶、茯苓等)中鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸的含量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Thermo ODS BP C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.05% 磷酸, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 210、238、340 nm。以牡荆苷为内标, 建立其他 8 种成分的相对校正因子, 测定含量。**结果** 9 种成分在各自范围内线性关系良好($r \geq 0.999\ 1$), 平均加样回收率 96.98%~99.96%, RSD 0.76%~1.65%。一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法稳定可靠, 可用于肾舒颗粒的质量控制。
关键词: 肾舒颗粒; 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)12-2848-06
doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.12.005

Simultaneous determination of nine constituents in Shenshu Granules by QAMS

YUAN Fang-jie¹, WU Ming-bo², TAN Bing-yin^{1*}
(1. Wuhan Fourth Hospital, Wuhan 430034, China; 2. Wuhan Qirui Pharmaceutical Co., Ltd., Wuhan 430062, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of methyl paederoside, asperulosidic acid, asperuloside, isoorientin, orientin, vitexin, dehydrotumulosic acid, dehydropachymic acid and pachymic acid in Shenshu Granules (*Lophatheri Herba*, *Isatidis Folium*, *Poria*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Thermo ODS BP C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.05% phosphoric acid flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 210, 238, 340 nm. Vitexin 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 ($r \geq 0.999\ 1$), whose average recoveries were 96.98%–99.96% with the RSDs of 0.76%–1.65%. 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 Shenshu Granules.
KEY WORDS: Shenshu Granules; chemical constituents; quantitative analysis of multi-components by single-marker

肾舒颗粒由白花蛇舌草、淡竹叶、大青叶、茯苓、篇蓄、海金沙藤、黄柏等 10 味药材组成, 具有清热解毒、利水通淋的功效, 临床上广泛用于尿道炎、膀胱炎、急慢性肾盂肾炎等疾病的治疗, 对慢性肾盂肾炎患者肾脏功能及机体免疫功能均有明显改善作用^[1-2], 对尿路感染^[3]、输尿管小结石^[4]也有显著临床疗效。该制剂收载于《卫生部颁药品标准(中药成方制剂)》第九册^[5], 方中白花

收稿日期: 2019-07-08
作者简介: 袁芳杰(1988—), 男, 主管药师, 从事药物质量控制等医院药学研究工作。Tel: 13429887986, (027) 68831419
* 通信作者: 谭丙寅(1986—), 男, 主管药师, 从事药物质量分析等医院药学研究工作。Tel: (027) 68834918, E-mail: thy4918@sina.com

蛇舌草功效清热解毒、活血化瘀、利渗通淋，为君药；扁蓄、淡竹叶、海金沙藤、瞿麦功效清热、利尿、通淋，大青叶、黄柏功效清热解毒，共为臣药；地黄滋阴清热，茯苓淡渗利湿，共为佐药；甘草功效缓急止痛、调和诸药，为使药。然而，目前肾舒颗粒质量标准未对方中成分进行定量控制，文献也仅检索到对黄柏中盐酸小檗碱含有量进行测定^[6-7]。

中成药复方制剂由多味药材按照君臣佐使规律配伍而成，其临床疗效大多为方中药味协同作用的结果，单一成分难以全面评价其质量。本实验参考中药质量标志物^[8-9]以君药为主，兼顾臣、佐、使药的原则，选择肾舒颗粒君药白花蛇舌草所含鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷，臣药淡竹叶、大青叶所含异荭草苷、荭草苷、牡荆苷，佐药茯苓所含去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸作为指标成分，采用一测多评法测定其含有量，可大大降低检验成本，为该制剂质量标准提升和产品质量均一性提供了有力的数据支持。

1 材料

e2695-2489 型高效液相色谱仪（美国 Waters 公司）；HP1100 型液相色谱仪（美国 Agilent 公司）；ABI35-S 型电子天平 [梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司]；KQ-300DE 型医用数控超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。异荭草苷（111974-201401，含有量 94.0%）、荭草苷（111777-201302，含有量 97.9%）、牡荆苷（111687-201704，含有量 94.9%）对照品均购自中国食品药品检定研究院；鸡屎藤次苷甲酯（122413-01-8，含有量 98.0%）、车叶草苷酸（25368-11-0，含有量 99.0%）、车叶草苷（14259-45-1，含有量 99.8%）、去氢茯苓酸（77012-31-8，含有量 98.0%）对照品均购自南京森贝伽生物科技有限公司；去氢土莫酸对照品（6754-16-1，含有量 98.0%）购自成都克洛玛生物科技有限公司；茯苓酸对照品（29070-92-6，含有量 98.0%）购自上海纯优生物科技有限公司。肾舒颗粒（每袋装 4 g，181102、190103、190301）购自成都迪康药业股份有限公司。乙腈为色谱纯；甲醇、磷酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Thermo ODS BP C₁₈ 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相乙腈（A）-0.05% 磷酸（B），梯度洗脱（0 ~ 16.0 min，

24.0% A；16.0 ~ 29.0 min，24.0% → 35.0% A；29.0 ~ 46.0 min，35.0% → 62.0% A；46.0 ~ 59.0 min，62.0% → 90.0% A；59.0 ~ 65.0 min，90.0% → 24.0% A）；柱温 30 ℃；体积流量 1.0 mL/min；检测波长 238 nm（0~29.0 min，鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷）^[10-11]、340 nm（29.0~46.0 min，异荭草苷、荭草苷、牡荆苷）^[12]、210 nm（46.0~65.0 min，去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸）^[13-14]；进样量 10 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取对照品鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸适量，甲醇分别制成 1.272、0.938、1.104、0.212、0.326、0.168、0.294、0.152、0.388 mg/mL 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（鸡屎藤次苷甲酯 63.6 μg/mL、车叶草苷酸 46.9 μg/mL、车叶草苷 55.2 μg/mL、异荭草苷 10.6 μg/mL、荭草苷 16.3 μg/mL、牡荆苷 8.4 μg/mL、去氢土莫酸 14.7 μg/mL、去氢茯苓酸 7.6 μg/mL、茯苓酸 19.4 μg/mL）。

2.2.2 线标溶液 精密吸取“2.2.1”项下贮备液 2.0 mL，置于 20 mL 量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，制成线标溶液 I，精密吸取适量，甲醇依次稀释 2、4、8、16、20 倍，制成 II ~ VI。

2.2.3 供试品溶液 取颗粒适量，研成细粉，精密称取约 3.0 g，精密加入 25 mL 甲醇，称定质量，超声提取 30 min，放冷至室温，甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，即得。

2.2.4 阴性样品溶液 参考颗粒质量标准项下的处方和制法，分别制备不含白花蛇舌草、淡竹叶和大青叶、茯苓的阴性样品，按“2.2.3”项下方法制备，即得。

2.3 专属性考察 取对照品、供试品、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，色谱图基线平稳，各成分与其他杂质峰均能得到有效分离，分离度大于 1.5，理论塔板数均大于 4 500，阴性无干扰。

2.4 线性关系考察 精密吸取“2.2.2”项下线标溶液 I ~ VI 适量，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。

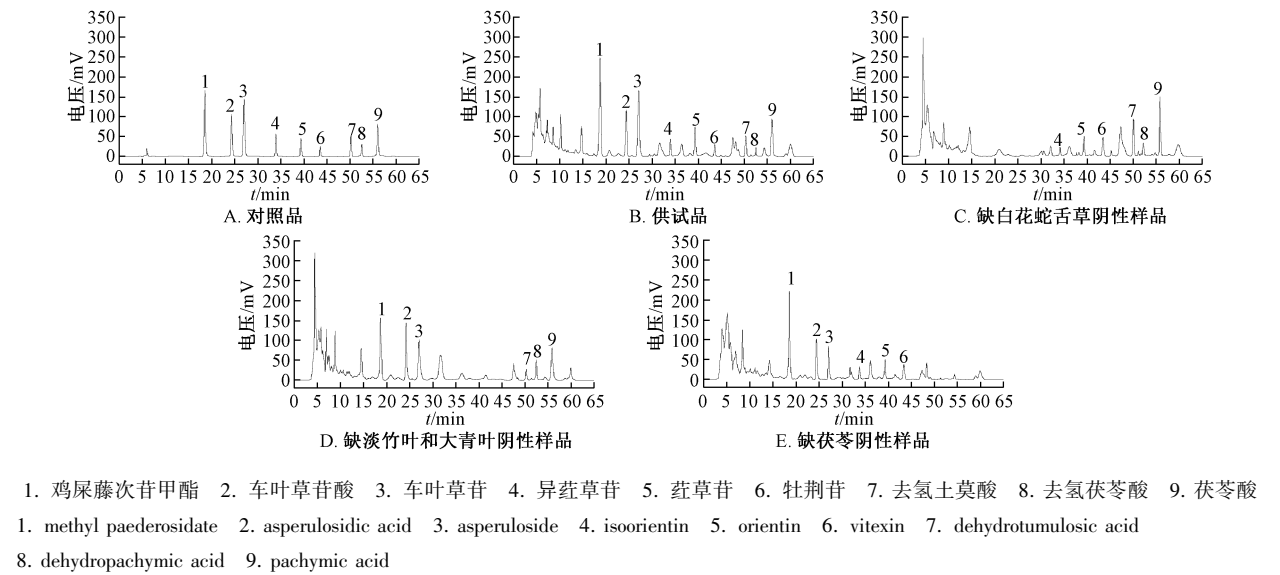


图 1 各成分 HPLC 色谱图

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	<i>r</i>	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
鸡屎藤次苷甲酯	$Y=1.614\ 3\times10^6X-797.5$	0.999 5	6.36~127.20
车叶草苷酸	$Y=9.365\ 2\times10^5X+1\ 030.2$	0.999 1	4.69~93.80
车叶草苷	$Y=1.090\ 8\times10^6X+686.5$	0.999 5	5.52~110.40
异荭草苷	$Y=8.284\ 7\times10^5X-967.7$	0.999 2	1.06~21.20
荭草苷	$Y=1.366\ 3\times10^6X+354.6$	0.999 7	1.63~32.60
牡荆苷	$Y=8.970\ 9\times10^5X-1\ 068.7$	0.999 6	0.84~16.80
去氢土莫酸	$Y=1.132\ 9\times10^6X-587.1$	0.999 3	1.47~29.40
去氢茯苓酸	$Y=7.161\ 2\times10^5X-833.4$	0.999 4	0.76~15.20
茯苓酸	$Y=1.581\ 9\times10^6X+1\ 270.7$	0.999 2	1.94~38.80

2.5 精密度试验 精密吸取“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，测得鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸峰面积 RSD 分别为 0.58%、0.73%、0.61%、1.01%、0.84%、1.10%、0.89%、1.13%、0.77%，表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 取同一批颗粒适量，按“2.2.3”项下方法制备 6 份供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸峰面积 RSD 分别为 1.25%、1.57%、0.66%、1.88%、1.74%、0.79%、1.46%、0.92%、1.31%，表明该方法重复性良好。

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液，室温下于 0、2、4、8、16、24 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车

2850

叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸峰面积 RSD 分别为 0.59%、0.68%、1.57%、0.98%、0.76%、1.09%、0.95%、1.32%、0.64%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称取各对照品适量，甲醇制成含鸡屎藤次苷甲酯 0.826 mg/mL、车叶草苷酸 0.554 mg/mL、车叶草苷 0.728 mg/mL、异荭草苷 0.142 mg/mL、荭草苷 0.186 mg/mL、牡荆苷 0.092 mg/mL、去氢土莫酸 0.178 mg/mL、去氢茯苓酸 0.088 mg/mL、茯苓酸 0.242 mg/mL 的对照品溶液。取同一批含有量已知的颗粒 9 份，每份 1.5 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入对照品溶液 0.5、1.0、1.5 mL（50%、100%、150% 水平）各 3 份，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，鸡屎藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓

酸、茯苓酸平均加样回收率分别为 99.96%、97.77%、98.82%、97.31%、98.18%、97.52%、98.32%、96.98%、99.35%，RSD 分别为 0.87%、1.27%、0.92%、1.34%、1.65%、0.76%、1.16%、1.56%、0.94%。

2.9 相对校正因子测定 精密吸取“2.2.2”项

下线标溶液 I ~ VI 适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，以牡荆苷为内标，测定其他 8 种成分相对校正因子 f_{sk} ，公式为 $f_{sk} = f_s / f_k = (A_s C_k) / (A_k C_s)$ (A_s 为牡荆苷峰面积， C_s 为牡荆苷含量， A_k 为待测成分峰面积， C_k 为待测成分含量)，结果见表 2。

表 2 各成分相对校正因子

Tab. 2 Relative correction factors of various constituents

线标溶液	相对校正因子(内标牡荆苷)							
	鸡屎藤次苷甲酯	车叶草苷酸	车叶草苷	异荭草苷	荭草苷	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸
VI	0.542 9	0.987 2	0.825 4	1.099 9	0.651 1	0.764 5	1.258 3	0.552 9
V	0.556 0	0.954 7	0.832 9	1.103 6	0.656 8	0.778 2	1.259 3	0.565 5
IV	0.555 4	0.965 0	0.818 9	1.084 2	0.654 8	0.794 9	1.254 1	0.568 0
III	0.554 9	0.954 3	0.815 7	1.091 2	0.644 8	0.803 3	1.264 2	0.572 4
II	0.553 2	0.939 4	0.815 9	1.065 3	0.659 0	0.784 8	1.242 2	0.558 1
I	0.556 0	0.963 9	0.824 1	1.089 0	0.655 3	0.793 3	1.256 4	0.569 4
平均值	0.553 1	0.960 7	0.822 2	1.088 9	0.653 6	0.786 5	1.255 7	0.564 4
RSD/%	0.92	1.66	0.81	1.25	0.76	1.75	0.59	1.31

2.10 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响
本实验比较了 Waters e2695-2489、Agilent HP1100 色谱仪，以及 Thermo ODS BP C₁₈、Agilent Extend

C₁₈、Ultimate 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(内标牡荆苷)							
		鸡屎藤次苷甲酯	车叶草苷酸	车叶草苷	异荭草苷	荭草苷	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸
Waters e2695-2489	Thermo ODS BP C ₁₈	0.557 7	0.967 2	0.822 6	1.106 0	0.663 3	0.794 7	1.259 0	0.568 7
	Agilent Extend C ₁₈	0.537 1	0.957 6	0.823 9	1.092 8	0.648 3	0.765 8	1.260 5	0.552 5
	Ultimate C ₁₈	0.550 2	0.952 0	0.820 7	1.075 1	0.651 5	0.788 5	1.259 3	0.563 2
Agilent HP1100	Thermo ODS BP C ₁₈	0.548 9	0.963 4	0.812 6	1.087 2	0.656 8	0.801 6	1.263 7	0.571 9
	Agilent Extend C ₁₈	0.554 5	0.944 5	0.819 0	1.069 9	0.647 3	0.789 2	1.258 2	0.556 6
	Ultimate C ₁₈	0.543 6	0.961 3	0.816 5	1.086 3	0.660 4	0.796 2	1.244 4	0.576 8
	平均值	0.548 7	0.957 7	0.819 2	1.086 2	0.654 6	0.789 3	1.257 5	0.565 0
	RSD/%	1.36	0.86	0.51	1.18	1.01	1.58	0.53	1.64

2.11 不同柱温对相对校正因子的影响 本实验比较了不同柱温（25、28、30、32、35℃）对相对

校正因子的影响，结果见表 4，可知均无明显影响。

表 4 不同柱温对相对校正因子的影响

Tab. 4 Effects of different column temperatures on relative correction factors

柱温/℃	相对校正因子(内标牡荆苷)							
	鸡屎藤次苷甲酯	车叶草苷酸	车叶草苷	异荭草苷	荭草苷	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸
25	0.557 2	0.958 7	0.833 6	1.101 6	0.639 7	0.800 2	1.252 6	0.565 4
28	0.560 5	0.966 2	0.820 8	1.098 8	0.641 8	0.773 6	1.267 2	0.558 7
30	0.554 9	0.951 6	0.826 1	1.082 6	0.667 5	0.784 6	1.251 0	0.560 1
32	0.555 3	0.960 9	0.819 2	1.089 1	0.650 0	0.792 9	1.243 7	0.552 6
35	0.539 9	0.941 7	0.827 5	1.075 3	0.643 8	0.786 1	1.259 3	0.553 9
平均值	0.553 6	0.955 8	0.825 4	1.089 5	0.648 6	0.787 5	1.254 8	0.558 1
RSD/%	1.44	0.99	0.70	1.01	1.74	1.26	0.71	0.92

2.12 色谱峰定位 以牡荆苷为内标，计算 Waters e2695-2489、Agilent HP1100 色谱仪，以及 Thermo ODS BP C₁₈、Agilent Extend C₁₈、Ultimate C₁₈ 色谱

柱下其他 8 种成分的相对保留时间，结果见表 5，可知均无明显影响。

表 5 各成分相对保留时间
Tab. 5 Relative retention time of various constituents

仪器	色谱柱	相对保留时间(内标牡荆苷)								
		鸡尿藤次苷甲酯	车叶草苷酸	车叶草苷	异荭草苷	荭草苷	去氢土莫酸	去氢茯苓酸	茯苓酸	
Waters e2695-2489	Thermo ODS BP C ₁₈	0.425 1	0.558 7	0.620 2	0.778 9	0.903 4	1.153 4	1.207 6	1.287 9	
	Agilent Extend C ₁₈	0.423 9	0.556 4	0.619 8	0.778 1	0.903 5	1.152 6	1.203 4	1.281 6	
	Ultimate C ₁₈	0.424 7	0.551 6	0.613 7	0.772 4	0.901 9	1.134 6	1.198 6	1.280 1	
Agilent HP1100	Thermo ODS BP C ₁₈	0.419 5	0.538 9	0.609 5	0.758 1	0.898 7	1.131 7	1.201 9	1.280 6	
	Agilent Extend C ₁₈	0.413 7	0.534 2	0.611 2	0.763 3	0.901 5	1.143 8	1.205 1	1.286 7	
	Ultimate C ₁₈	0.420 4	0.550 7	0.608 7	0.761 9	0.896 4	1.147 6	1.199 7	1.276 4	
	平均值	0.421 2	0.548 4	0.613 8	0.768 8	0.900 9	1.143 9	1.202 7	1.282 2	
RSD/%		1.03	1.78	0.83	1.15	0.31	0.80	0.28	0.34	

2.13 样品含有量测定 取 3 批颗粒适量，研成细粉，按“2.2.3”项下方法平行制备 3 份供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算含有量，结果见表 6，可知一测多评法所得结果与外标法接近，相对平均偏差（RAD）<2.0%。

表 6 各成分含有量测定结果（mg/g）
Tab. 6 Results of content determination of vairous constituents（mg/g）

批号	牡荆苷	鸡尿藤次苷甲酯			车叶草苷酸			车叶草苷			异荭草苷		
	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/%
181102	0.061	0.549	0.543	0.55	0.372	0.379	0.93	0.487	0.475	1.25	0.094	0.096	1.05
190103	0.053	0.496	0.505	0.90	0.422	0.410	0.72	0.437	0.429	0.92	0.106	0.104	0.95
190301	0.069	0.573	0.561	1.06	0.343	0.349	0.87	0.558	0.549	0.81	0.078	0.079	0.64

批号	荭草苷			去氢土莫酸			去氢茯苓酸			茯苓酸		
	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/%
181102	0.125	0.128	1.19	0.118	0.115	1.29	0.059	0.060	0.84	0.163	0.159	1.24
190103	0.140	0.138	0.72	0.100	0.102	0.99	0.066	0.065	0.76	0.145	0.149	1.36
190301	0.105	0.108	1.41	0.123	0.126	1.20	0.051	0.052	0.97	0.186	0.183	0.81

3 讨论

3.1 色谱条件选择 本实验参考文献 [10-15]，考察了乙腈-水、甲醇-水、甲醇-0.05% 冰醋酸^[12]、乙腈-0.05% 冰醋酸^[11,15]、乙腈-0.05% 磷酸^[10,13-14]流动相系统，结合色谱峰基线噪音及各成分拖尾、分离度等因素，最终确定以乙腈-0.05% 磷酸为流动相，按“2.1”项下程序进行梯度洗脱。

3.2 供试品溶液制备方法选择 本实验考察了不同提取溶剂（50% 甲醇^[10,15]、70% 甲醇^[12]、甲醇^[13-14]）对提取率的影响，发现以甲醇为提取溶剂时各成分综合提取率最高，同时杂质相对较少，在此基础上又考察了提取方式（加热回流、超声^[10-15]）和提取时间（15、30、45 min）。最终，采用甲醇超声提取 30 min 作为供试品溶液制备方法。

4 结论

本实验建立一测多评法同时测定肾舒颗粒中鸡尿藤次苷甲酯、车叶草苷酸、车叶草苷、异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、去氢土莫酸、去氢茯苓酸、茯苓酸的含有量，通过方法学考察验证了该方法的

可行性，并发现其所得结果与外标法无明显差异。由此可知，该方法稳定可靠，可用于肾舒颗粒的质量控制。

参考文献：

[1] 陶晓芬, 张红英. 肾舒颗粒治疗湿热蕴结型慢性肾盂肾炎 48 例[J]. 陕西中医, 2013, 34(10): 1344-1345.

[2] 黄 玲, 林 慧, 吴琼诗, 等. 肾舒颗粒治疗慢性肾盂肾炎 46 例[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(17): 309-312.

[3] 康永胜, 唐云峰, 李华强, 等. 肾舒颗粒联合诺氟沙星治疗尿路感染疗效分析[J]. 深圳中西医结合杂志, 2016, 26(19): 26-27.

[4] 王 翌, 王锡智, 罗斐堃, 等. 哈乐递增双倍剂量联合肾舒颗粒治疗输尿管小结石 59 例体会[J]. 哈尔滨医药, 2017, 37(1): 3-5.

[5] 赖志成. 肾舒颗粒质量标准研究[J]. 海峡药学, 2007, 19(7): 19-21.

[6] 陈海滨. 肾舒颗粒（无糖型）质量标准研究[J]. 中国现代中药, 2010, 12(6): 29-33.

[7] 于 玲, 王晓飞, 汪 杰, 等. 高效液相色谱法测定肾舒颗粒中盐酸小檗碱的含量[J]. 中国药师, 2007, 10(10): 996-997.

[8]

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.

[9]

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.

[10]

杨培民, 曹广尚, 李 芳, 等. 基于高效液相色谱-二极管阵列检测法测定白花蛇舌草中 5 个环烯醚萜成分的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2015, 35(1): 9-12.

[11]

温丽荣, 姚志红, 陈 妍, 等. 高效液相色谱法同时测定白花蛇舌草中 6 个成分的含量[J]. 中国药学杂志, 2014, 49(5): 406-411.

[12]

袁 珂, 薛月芹, 殷明文, 等. RP-HPLC 同时测定淡竹叶中 4 种黄酮苷的含量[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(19): 2215-2218.

[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]. 药科学报, 2010, 45(4): 494-497.

[14]

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.

[15]

刘体云, 卢艳花, 魏东芝, 等. 淡竹叶中总黄酮和三种黄酮苷的同步 HPLC 检测[J]. 中成药, 2009, 31(1): 96-100.

肚液散 GC 指纹图谱建立及⁶⁰Co-γ 辐照灭菌对 4 种成分的影响

车尔玺¹, 丘鹰鲲², 李梅丽¹, 邵志宇^{1*}

(1. 厦门大学附属第一医院药学部, 福建 厦门 361003; 2. 厦门大学药学院, 福建 厦门 361005)

摘要: **目的** 建立肚液散(甘草、麦芽、鸡内金等) GC 指纹图谱, 并考察⁶⁰Co-γ 辐照灭菌对乙酸龙脑酯、桂皮醛、丁香酚、肉豆蔻醚含有量的影响。 **方法** 该药物乙酸乙酯提取液的分析采用 HP-5 毛细管柱(0.32 mm×30 m, 0.25 μm); 进样口温度 240 ℃; FID 检测器温度 260 ℃。 **结果** 13 批样品指纹图谱中有 13 个共有峰, 相似度大于 0.930。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 93.62%~107.1%, RSD 2.3%~3.2%。辐照灭菌后, 桂皮醛、丁香酚、肉豆蔻醚含有量无明显变化 ($P>0.05$); 乙酸龙脑酯含有量在 4.0 kGy 下较稳定, 在 8.0 kGy 下显著降低 ($P<0.05$)。 **结论** ⁶⁰Co-γ 辐照灭菌对肚液散挥发油成分稳定性有一定影响, 故在保证灭菌效果前提下应选择低辐照剂量。

关键词: 肚液散; 指纹图谱; ⁶⁰Co-γ 辐照灭菌; 乙酸龙脑酯; 桂皮醛; 丁香酚; 肉豆蔻醚; GC

中图分类号: R927.11 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2019)12-2853-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.12.006

Establishment of GC fingerprints of Duye Powder and effects of ⁶⁰Co-γ irradiation sterilization on four constituents

CHE Er-xi¹, QIU Ying-kun², LI Mei-li¹, SHAO Zhi-yu^{1*}

(1. Department of Pharmacy, The First Hospital Affiliated to Xiamen University, Xiamen 361003, China; 2. School of Pharmaceutical Sciences, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the GC fingerprints of Duye Power (*Glycyrrhizae Radix et Rhizoma*, *Hordei Fructus Germinatus*, *Galli gigerii Endothelium Corneum*, etc.) and to investigate the effects of ⁶⁰Co-γ irradiation sterilization on bornyl acetate, cinnamaldehyde, eugenol and myristicin contents. **METHODS** The analysis of ethyl acetate extract of this drug was performed on an HP-5 capillary column (30 m×0.32 mm, 0.25 m), and the injector temperature and detector temperature were 240 ℃ and 260 ℃, respectively. **RESULTS** There were thirteen common peaks in the fingerprints of thirteen batches of samples with the similarties of more than 0.930. Four

收稿日期: 2019-04-08

作者简介: 车尔玺 (1987—), 女, 硕士, 研究方向为药物检验。Tel: 18850550879, E-mail: 717509017@qq.com

* 通信作者: 邵志宇 (1963—), 男, 从事医院制剂工艺研究、设计及管理。Tel: 18859275989