

一测多评法同时测定克感额日敦片中 9 种成分

季正栋¹, 苏 丹¹, 唐丽丹¹, 房燕冬²
(1. 南京医科大学附属常州市第二人民医院药剂科, 江苏 常州 213003; 2. 常州四药制药有限公司研发中心, 江苏 常州 213004)

摘要: **目的** 建立一测多评法同时测定克感额日敦片(梔子、苦参、土木香等)中梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯的含有量。**方法** 该药物甲醇提取液的分析采用 Agilent ZORBZX SB-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 0.9 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 220、238、295 nm。以梔子苷为内标, 建立其他 8 种成分的相对校正因子, 测定含有量。**结果** 9 种成分在各自范围内线性关系良好($r \geq 0.999\ 2$), 平均加样回收率 96.94%~100.00%, RSD 0.76%~1.50%。一测多评法所得结果与外标法接近。**结论** 该方法简便准确, 可用于克感额日敦片的质量控制。**关键词:** 克感额日敦片; 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(2020)10-2570-06
doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.10.006

Simultaneous determination of nine constituents in Kegan Eridun Tablets by QAMS

Ji Zheng-dong¹, SU Dan¹, TANG Li-dan¹, FANG Yan-dong²
(1. Department of Pharmacy, The Second People's Hospital of Changzhou Affiliated to Nanjing Medical University, Changzhou 213003, China; 2. Research and Development Center, Changzhou Siyao Pharmaceuticals Co., Ltd., Changzhou 213004, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous content determination of gardsoside, gardenoside, genipin-1-β-D-gentiobioside, geniposide, kushenol I, kurarinone, sophoraflavanone G, isosalantolactone and alantolactone in Kegan Eridun Tablets (*Gardeniae Fructus*, *Sophorae flavescens Radix*, *Inulae Radix*, etc.). **METHODS** The analysis of methanol extract of this drug was performed on a 30 ℃ thermostatic Agilent ZORBZX SB-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of acetonitrile-0.05% phosphoric acid flowing at 0.9 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelengths were set at 220, 238, 295 nm. Geniposide 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 ($r \geq 0.999\ 2$), whose average recoveries were 96.94%–100.00% with the RSDs of 0.76%–1.50%. 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 Kegan Eridun Tablets.
KEY WORDS: Kegan Eridun Tablets; chemical constituents; quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS)

收稿日期: 2020-02-04
基金项目: 2017 年度江苏省药学会-天晴(连云港)医院药学科研项目(Q2018105)
作者简介: 季正栋(1982—), 男, 主管药师, 从事药物质量控制和临床药学研究。Tel: 15961115858, E-mail: zhengdong5858@yeah.net

克感额日敦片由梔子、苦参、土木香、诃子、悬钩子木、川楝子、山柰 7 味药材加工而成，主要用于瘟疫初期、感冒发烧、咳嗽、全身酸痛、头痛、咽喉肿痛、胸胁刺痛等临床病症的治疗，但现行质量标准^[1]及文献 [2-5] 仅对其所含单一成分进行定量分析。中药制剂组成复杂，有效成分繁多，多种成分协同发挥作用以达到临床疗效，故仅检测单一成分难以对其质量进行全面评价，但传统多指标成分控制方法存在对照品用量大、质量不稳定、不易获得、价格昂贵等不足。

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，有效地解决了上述难题，同时该方法不仅普遍用于同类型成分的同时测定，在不同类型成分中也逐步得到应用^[6-9]。因此，本实验采用一测多评法，以梔子苷为内标，建立梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯的相对校正因子，测定克感额日敦片中上述成分含量，以期为该制剂全面质量控制提供新的方法和思路。

1 材料

Agilent 1200 型高效液相色谱仪（美国 Agilent 公司）；LC-20AD 型高效液相色谱仪（日本 Shimadzu 公司）；CP225D 型电子天平（德国 Sartorius 公司）；KQ-500E 型超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。土木香内酯（批号 110760-201811，纯度 99.4%）、异土木香内酯（批号 110761-201806，纯度 97.4%）、梔子苷（批号 110749-201919，纯度 97.1%）对照品均购自中国食品药品检定研究院。梔子新苷（批号 CFS201901，纯度 98.0%）、苦参醇 I（批号 CFS201702，纯度 98.0%）对照品均购自武汉天植生物技术有限公司；羟异梔子苷（批号 17101622，纯度 99.1%）、京尼平龙胆双糖苷（批号 18030422，纯度 98.4%）、苦参酮（批号 18060822，纯度 97.7%）、槐属二氢黄酮 G（批号 18060622，纯度 99.7%）对照品均购自上海同田生物科技股份有限公司。克感额日敦片（每片重 0.25 g，批号 34181003、34181106、34190205）购自内蒙古天奇中蒙制药股份有限公司。乙腈为色谱纯；其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液 精密称取梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷、苦参醇 I、苦

参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯对照品适量，甲醇制成各成分质量分数分别为 0.232、0.898、1.634、2.982、0.454、1.876、0.412、0.998、1.766 mg/g 的贮备液，各精密吸取 2.5 mL，甲醇稀释，即得（各成分质量分数分别为 11.6、44.9、81.7、149.1、22.7、93.8、20.6、49.9、88.3 μg/g）。

2.1.2 供试品溶液 取片剂适量，除去薄膜衣后研细，精密称取 0.4 g，精密加入 25 mL 甲醇^[10-11]，密塞，称定质量，超声处理 60 min^[10-11]，放冷，甲醇补足减失的质量，摇匀，0.45 μm 微孔滤膜过滤，即得。

2.1.3 阴性样品溶液 按片剂处方工艺，分别制备缺梔子、缺苦参、缺土木香的阴性样品，按“2.1.2”项下方法制备，即得。

2.2 色谱条件 Agilent ZORBZX SB-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（0~10.0 min，9.0% A；10.0~29.0 min，9.0%~35.0% A；29.0~51.0 min，35.0%~52.0% A；51.0~65.0 min，52.0%~60.0% A；65.0~75.0 min，60.0%~9.0% A）；体积流量 0.9 mL/min；柱温 30℃；检测波长 238 nm（0~29.0 min，梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷）^[12-14]、295 nm（29.0~51.0 min，苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G）^[15]、220 nm（51.0~75.0 min，异土木香内酯、土木香内酯）^[16]；进样量 10 μL。

2.3 方法学考察

2.3.1 系统适用性试验 精密吸取对照品、供试品、阴性样品溶液适量，在“2.2”项色谱条件下进样测定，结果见图 1。由此可知，各成分色谱峰峰形对称，分离度均大于 1.5，理论塔板数按各成分计均不低于 4 000，色谱图基线平稳，阴性无干扰。

2.3.2 线性关系考察 精密吸取“2.1.1”项下贮备液适量，甲醇制成 20 倍质量浓度差的对照品溶液 I~VI，在“2.2”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 精密吸取“2.1.1”项下对照品溶液，在“2.2”项色谱条件下进样测定 6 次，测得梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、

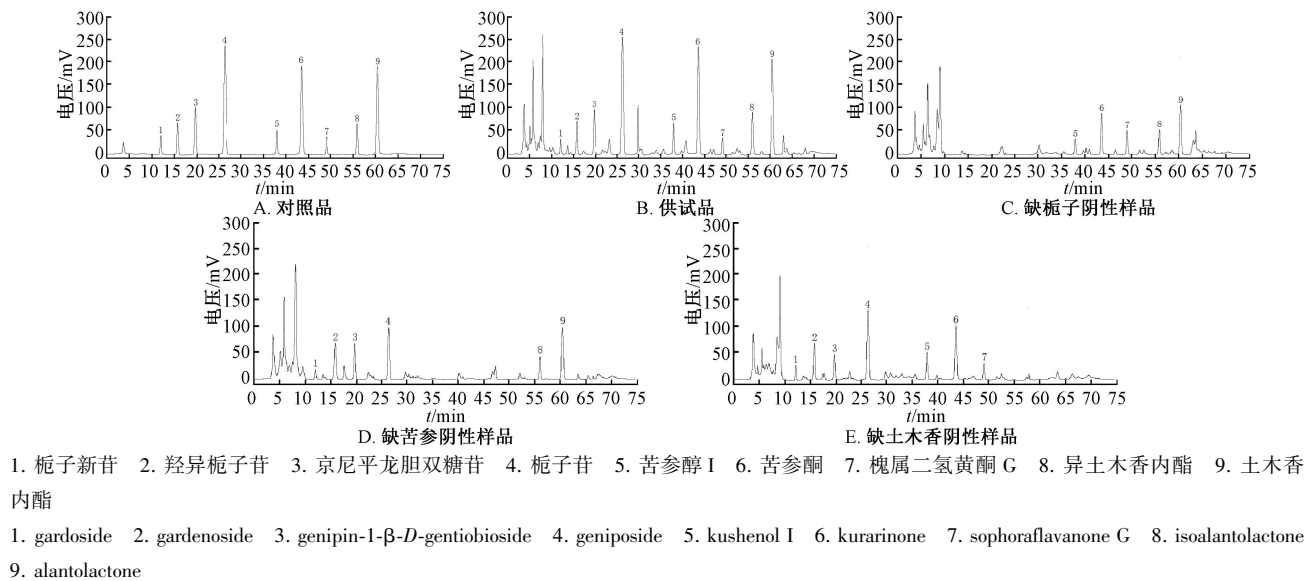


图 1 各成分 HPLC 色谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

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/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
梔子新苷	$Y=7.579\ 6\times10^5X-216.7$	0.999 7	1.16~23.20
羟异梔子苷	$Y=8.149\ 3\times10^5X+1\ 121.1$	0.999 2	4.49~89.80
京尼平龙胆双糖苷	$Y=7.064\ 2\times10^5X-612.8$	0.999 6	8.17~163.40
梔子苷	$Y=9.832\ 7\times10^5X+894.7$	0.999 4	14.91~298.20
苦参醇 I	$Y=1.054\ 0\times10^6X-468.9$	0.999 7	2.27~45.40
苦参酮	$Y=1.352\ 1\times10^6X+963.7$	0.999 5	9.38~187.60
槐属二氢黄酮 G	$Y=9.478\ 9\times10^5X-734.9$	0.999 6	2.06~41.20
异土木香内酯	$Y=7.980\ 1\times10^5X+898.2$	0.999 3	4.99~99.80
土木香内酯	$Y=1.151\ 9\times10^6X+1\ 002.7$	0.999 5	8.83~176.60

异土木香内酯、土木香内酯峰面积 RSD 分别为 1.26%、0.93%、0.57%、0.55%、1.17%、0.96%、1.22%、1.01%、0.63%，表明仪器精密度良好。

2.3.4 重复性试验 取同一批片剂，按“2.1.2”项下方法平行制备 6 份供试品溶液，在“2.2”项色谱条件下进样测定，测得梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯含有量 RSD 分别为 1.58%、1.25%、0.96%、0.89%、1.38%、1.14%、1.61%、1.37%、0.99%，表明该方法重复性良好。

2.3.5 稳定性试验 取新配供试品溶液 1 份，于 0、2、4、6、10、12 h 在“2.2”项色谱条件下进样测定，测得梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯峰面积 RSD 分

别为 1.23%、1.01%、0.61%、0.59%、1.22%、0.94%、1.18%、0.97%、0.70%，表明溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.3.6 加样回收率试验 取各成分含有量已知的同一批片剂，除去薄膜衣后研细，精密称取 9 份，每份 0.2 g，精密加入对照品溶液（梔子新苷 0.128 mg/mL、羟异梔子苷 0.506 mg/mL、京尼平龙胆双糖苷 0.932 mg/mL、梔子苷 1.966 mg/mL、苦参醇 I 0.302 mg/mL、苦参酮 1.194 mg/mL、槐属二氢黄酮 G 0.238 mg/mL、异土木香内酯 0.682 mg/mL、土木香内酯 1.126 mg/mL）0.5、1.0、1.5 mL 各 3 份，按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.2”项色谱条件下进样测定，计算加样回收率。结果，梔子新苷、羟异梔子苷、京尼平龙胆双糖苷、梔子苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯平均加样回收率（RSD）分别为 96.94%（1.26%）、99.13%（1.42%）、98.96%（0.99%）、99.37%（0.86%）、97.92%（1.50%）、100.00%（0.76%）、98.67%（0.90%）、98.99%（0.84%）、97.86%（1.00%）。

2.4 相对校正因子测定 精密吸取“2.3.2”项下对照品溶液 I~VI，在“2.2”项色谱条件下进样测定。以梔子苷为内标，计算其他 8 种成分的相对校正因子 $f_{k/s}$ ，公式为 $f_{k/s}=f_k/f_s=(C_kA_s)/(C_sA_k)$ ，其中 C_k 为其他成分含有量， A_k 为其他成分峰面积， C_s 为内标含有量， 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

对照品溶液	相对校正因子(内标栀子苷)							
	栀子新苷	羟异栀子苷	京尼平龙胆双糖苷	苦参醇 I	苦参酮	槐属二氢黄酮 G	异土木香内酯	土木香内酯
I	1. 274 3	1. 212 6	1. 348 9	0. 913 4	0. 719 9	1. 002 4	1. 197 5	0. 847 7
II	1. 277 6	1. 245 6	1. 377 5	0. 921 6	0. 727 0	1. 029 8	1. 234 3	0. 845 2
III	1. 278 1	1. 193 7	1. 389 2	0. 923 6	0. 727 3	1. 021 6	1. 223 9	0. 846 9
IV	1. 295 4	1. 211 4	1. 399 9	0. 930 1	0. 725 0	1. 048 4	1. 249 7	0. 856 9
V	1. 318 5	1. 196 7	1. 400 6	0. 946 8	0. 730 1	1. 047 9	1. 227 9	0. 856 8
VI	1. 292 7	1. 208 6	1. 389 6	0. 929 9	0. 726 6	1. 034 7	1. 232 2	0. 852 7
平均值	1. 289 4	1. 211 4	1. 384 3	0. 927 6	0. 726 0	1. 030 8	1. 227 6	0. 851 1
RSD/%	1. 30	1. 53	1. 39	1. 22	0. 47	1. 69	1. 40	0. 60

2. 5 耐用性试验

2. 5. 1 仪器、色谱柱 精密吸取“2. 1. 2”项下对照品溶液，在“2. 2”项色谱条件下进样测定，考察 Agilent 1200、LC-20AD 色 谱 仪，以 及 Agilent ZORBZX SB-C₁₈、Waters Symmetry C₁、Diamonsil C₁₈ 色谱柱(250 mm×4. 6 mm, 5 μm) 对相对校正因子的影响，结果见表 3，可知均无明显影响(RSD<3%)。

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(内标栀子苷)							
		栀子新苷	羟异栀子苷	京尼平龙胆双糖苷	苦参醇 I	苦参酮	槐属二氢黄酮 G	异土木香内酯	土木香内酯
Agilent 1200	Agilent ZORBZX SB-C ₁₈	1. 287 3	1. 210 6	1. 382 1	0. 925 9	0. 724 4	1. 029 5	1. 223 9	0. 850 1
	Waters Symmetry C ₁₈	1. 276 6	1. 198 9	1. 373 4	0. 917 5	0. 718 6	1. 010 8	1. 211 7	0. 848 5
	Diamonsil C ₁₈	1. 300 9	1. 239 3	1. 409 5	0. 936 3	0. 726 5	1. 050 6	1. 253 4	0. 860 4
LC-20AD	Agilent ZORBZX SB-C ₁₈	1. 296 0	1. 222 5	1. 389 3	0. 928 7	0. 726 2	1. 044 1	1. 230 6	0. 858 2
	Waters Symmetry C ₁₈	1. 269 1	1. 191 6	1. 356 8	0. 913 2	0. 719 7	1. 020 3	1. 218 8	0. 849 3
	Diamonsil C ₁₈	1. 302 3	1. 228 7	1. 390 4	0. 933 4	0. 729 6	1. 039 5	1. 229 5	0. 857 7
平均值	—	1. 288 7	1. 215 3	1. 383 6	0. 925 8	0. 724 2	1. 032 5	1. 228 0	0. 854 0
RSD/%	—	1. 05	1. 50	1. 28	0. 97	0. 59	1. 46	1. 16	0. 62

2. 5. 2 体积流量 精密吸取“2. 1. 2”项下对照品溶液，在“2. 2”项色谱条件下进样测定，考察体积流量 0. 7、0. 8、0. 9、1. 0、1. 1 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<3%）。

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(内标栀子苷)							
	栀子新苷	羟异栀子苷	京尼平龙胆双糖苷	苦参醇 I	苦参酮	槐属二氢黄酮 G	异土木香内酯	土木香内酯
0. 7	1. 283 6	1. 211 4	1. 384 3	0. 927 6	0. 726 0	1. 030 8	1. 227 6	0. 851 1
0. 8	1. 292 8	1. 232 2	1. 390 7	0. 935 8	0. 729 7	1. 052 9	1. 230 6	0. 857 1
0. 9	1. 278 5	1. 199 7	1. 378 8	0. 920 6	0. 718 1	1. 027 4	1. 200 6	0. 842 6
1. 0	1. 282 5	1. 210 1	1. 381 6	0. 923 8	0. 722 1	1. 018 5	1. 226 7	0. 847 3
1. 1	1. 269 6	1. 207 9	1. 372 9	0. 919 6	0. 720 4	1. 024 1	1. 218 1	0. 848 9
平均值	1. 281 4	1. 212 3	1. 381 7	0. 925 5	0. 723 3	1. 030 7	1. 220 7	0. 849 4
RSD/%	0. 65	0. 99	0. 48	0. 71	0. 63	1. 28	1. 00	0. 63

2. 6 色谱峰定位 精密吸取“2. 1. 2”项下对照品溶液，在“2. 2”项色谱条件下进样测定，以栀子苷为内标，采用相对保留时间法对色谱峰进行定位，结果见表 5。

2. 7 样品含有量测定 取 3 批片剂，按“2. 1. 3”项下方法制备供试品溶液，在“2. 2”项色谱条件下进样测定，分别采用外标法和一测多评法测定含有量，结果见表 6。由此可知，2 种方法所得结果接近，相对平均偏差（RAD）均小于 3%。

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(内标栀子苷)							
		栀子新苷	羟异栀子苷	京尼平龙胆双糖苷	苦参醇 I	苦参酮	槐属二氢黄酮 G	异土木香内酯	土木香内酯
Agilent 1200	Agilent ZORBZX SB-C ₁₈	0.461 8	0.602 4	0.755 1	1.445 8	1.659 8	1.868 7	2.132 5	2.303 9
	Waters Symmetry C ₁₈	0.472 1	0.609 7	0.764 9	1.457 3	1.668 2	1.879 5	2.149 6	2.317 1
	Diamonsil C ₁₈	0.453 7	0.594 6	0.748 3	1.429 8	1.643 5	1.860 1	2.120 8	2.294 7
LC-20AD	Agilent ZORBZX SB-C ₁₈	0.4659	0.608 3	0.759 7	1.448 6	1.663 7	1.872 5	2.137 6	2.309 8
	Waters Symmetry C ₁₈	0.473 1	0.615 2	0.768 1	1.460 2	1.669 5	1.882 6	2.152 3	2.321 4
	Diamonsil C ₁₈	0.457 8	0.598 5	0.751 3	1.438 1	1.647 2	1.865 4	2.130 2	2.298 5
平均值	—	0.464 1	0.604 8	0.757 9	1.446 6	1.658 6	1.872 1	2.137 2	2.307 6
RSD/%	—	1.67	1.26	1.02	0.79	0.66	0.33	0.56	0.45

表 6 各成分含有量测定结果 (mg/g, n=3)
Tab. 6 Results of content determination of various constituents (mg/g, n=3)

成分	34181003			34181106			34190205		
	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/%
栀子苷	9.812	—	—	9.336	—	—	10.527	—	—
栀子新苷	0.636	0.641	0.39	0.588	0.604	1.34	0.671	0.677	0.45
羟异栀子苷	2.541	2.598	1.11	2.763	2.729	0.62	2.447	2.485	0.77
京尼平龙胆双糖苷	4.674	4.691	0.48	4.436	4.529	1.04	4.888	4.862	0.27
苦参醇 I	1.507	1.531	0.79	1.647	1.683	1.08	1.350	1.326	0.90
苦参酮	5.983	6.141	1.30	6.552	6.447	0.81	5.674	5.732	0.51
槐属二氢黄酮 G	1.196	1.203	0.29	1.082	1.099	0.78	1.305	1.297	0.31
异土木香内酯	3.419	3.504	1.23	3.086	3.165	1.26	3.911	3.832	1.02
土木香内酯	5.642	5.758	1.02	5.378	5.512	1.23	6.195	6.046	1.22

3 讨论

3.1 指标成分筛选 在克感额日敦片中，君药栀子的主要成分为栀子新苷、羟异栀子苷、京尼平龙胆双糖苷、栀子苷等环烯醚萜，臣药苦参的主要成分为苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G 等异戊烯基黄酮，佐药土木香的主要成分为土木香内酯、异土木香内酯等倍半萜内酯。参考中药质量标志物确定原则，本实验选取上述 9 种成分作为指标进行检测。

3.2 色谱峰定位方法筛选 本实验分别采用相对保留时间法、保留时间差法定位色谱峰，发现后者在不同仪器、色谱柱下测得的 RSD 明显高于前者。因此，选择相对保留时间法进行定位。

3.3 供试品溶液制备方法筛选 本实验比较了提取溶剂（甲醇^[10-11,15]、70% 甲醇^[13]、95% 乙醇、70% 乙醇^[12,16]），发现甲醇提取时杂质干扰较小，各成分提取充分；比较了提取方式（超声^[10-16]、加热回流），发现加热回流提取时杂质干扰严重；比较了提取时间（45 min^[11]、60 min^[15]、90 min），发现苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G 提取 60、90 min 时的效果差异不大，但明显高于 45 min，可能与克感额日敦片中苦参采用细粉直接

入药方式有关。最终确定，供试品溶液制备方法为甲醇超声提取 60 min。

3.4 检测波长筛选 本实验采用二极管阵列检测器，在 190~400 nm 范围内进行全波长扫描，发现栀子新苷、羟异栀子苷、京尼平龙胆双糖苷、栀子苷在 238 nm 处有较大吸收，苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G 在 291~297 nm 处有较大吸收，异土木香内酯、土木香内酯在 190~220 nm 处有较大吸收。为了避免末端吸收对检测结果的影响，结合文献[12-16]，本实验选择 220、238、295 nm，同时发现单一波长难以对克感额日敦片中 9 种成分同时进行测定，故采用“2.2”项下多波长切换模式。

4 结论

本实验首次采用一测多评法同时测定克感额日敦片中栀子新苷、羟异栀子苷、京尼平龙胆双糖苷、栀子苷、苦参醇 I、苦参酮、槐属二氢黄酮 G、异土木香内酯、土木香内酯的含有量，该方法简便准确，可大大降低检验成本，为该制剂全面质量控制提供新的方法和思路。

参考文献：

[1] YBZ01592009，国家药品标准[S].

[2]

张晓文, 温爱平. RP-HPLC 谱法测定克感额日敦片中栀子苷的含量[J]. 中国药师, 2005, 8(4): 310-311.

[3]

张晓文, 温爱平. 用 HPLC 法测定克感额日敦片中苦参碱的含量[J]. 药学服务与研究, 2006, 6(4): 300-301.

[4]

王顺利, 李改莲, 杨树青. 薄层扫描法测定蒙药克感额日敦片中土木香内酯的含量[J]. 中国民族医药杂志, 2007, 13(3): 45.

[5]

红霞, 旭红. HPLC 法测定蒙成药克感额日敦片中栀子苷的含量[J]. 中国民族医药杂志, 2015, 21(2): 59-60.

[6]

王欣, 覃瑶, 王德江, 等. 一测多评法在中药质量控制中的应用进展[J]. 中成药, 2016, 38(2): 395-402.

[7]

胡瑞雪, 梁元昊, 徐文丽, 等. 一测多评法在中药中的应用及研究进展[J]. 药物分析杂志, 2019, 39(11): 1968-1979.

[8]

朱晶晶, 王智民, 高慧敏, 等. 一测多评法在中药质量评价中的应用研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(16): 220-228.

[9]

秦昆明, 杨冰, 胡静, 等. 一测多评法在中药多组分质量控制中的应用现状与思考[J]. 中草药, 2018, 49(3): 725-731.

[10]

杨志欣, 李霞, 刘明玉, 等. 苦参总黄酮抗菌提取物中 7 种黄酮成分的结构鉴定及含量测定研究[J]. 中国药学杂志, 2016, 51(24): 2169-2174.

[11]

张嫚丽, 霍长虹, 刘丽, 等. 土木香药材 HPLC 指纹图谱研究及土木香内酯和异土木香内酯测定[J]. 中草药, 2010, 41(9): 1539-1542.

[12]

付小梅, 彭水梅, 刘婧, 等. HPLC 法同时测定栀子类药材中 10 个主要有效成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2014, 34(4): 615-621.

[13]

钱珺, 石燕红, 陈绍成, 等. UPLC 法测定栀子中的 4 种成分[J]. 中成药, 2016, 38(3): 708-711.

[14]

吴亚超, 杨文静, 张磊, 等. 栀子中栀子苷等 7 个化学成分测定及质量评价[J]. 中国药学杂志, 2016, 51(10): 841-847.

[15]

马鸿雁, 周婉珊, 褚夫江, 等. 苦参中黄酮类成分的高效液相指纹图谱及 5 种成分的含量测定[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(16): 2690-2695.

[16]

王金, 李素霞, 赵永明, 等. 正交试验法优化土木香根中土木香内酯和异土木香内酯的提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(12): 38-40.

HPLC 法同时测定退赤胶囊中 8 种成分

朱应成, 余静, 刘亮镜, 徐斌*
(芜湖市中医医院制剂中心, 安徽 芜湖 241000)

摘要: **目的** 建立 HPLC 法同时测定退赤胶囊(金银花、菊花、甘草等)中绿原酸、咖啡酸、阿魏酸、甘草苷、芦丁、连翘酯苷 A、黄芩苷、连翘苷的含有量。**方法** 该药物 70% 甲醇提取液的分析采用 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相乙腈(含 0.1% 磷酸)-水(含 0.1% 磷酸), 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 20 ℃; 检测波长 277、330 nm。**结果** 8 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 96.9%~103.9%, RSD 0.7%~2.5%。**结论** 该方法简便可靠, 重复性好, 可用于退赤胶囊的质量控制。

关键词: 退赤胶囊; 化学成分; HPLC

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2020)10-2575-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.10.007

Simultaneous determination of eight constituents in Tuichi Capsules by HPLC

ZHU Ying-cheng, YU Jing, LIU Liang-jing, XU Bin*
(Preparation Center, Wuhu Municipal Hospital of Traditional Chinese Medicine, Wuhu 241000, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish an HPLC method for the simultaneous content determination of chlorogenic acid, caffeic acid, ferulic acid, liquiritin, rutin, forsythoside A, baicalin and phillyrin in Tuichi Capsules (*Lonicerae japonicae Flos*, *Chrysanthemi Flos*, *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma*, etc.). **METHODS** The analysis of 70% methanol extract of this drug was performed on a 20 ℃ thermostatic Agilent ZORBAX SB-C₁₈ column

收稿日期: 2020-06-11

作者简介: 朱应成(1984—), 男, 硕士, 主管中药师, 从事中药制剂分析与质量控制研究。E-mail: whszyzyzyc@163.com

* 通信作者: 徐斌(1973—), 男, 副主任中药师, 从事中药饮片质量控制及中医经方开发研究。E-mail: 337264650@qq.com