

HPLC法同时测定栀子金花分散片中7种成分的含量^Δ

肖 娅*,李 晶,常金花,陈 威,刘翠哲,刘喜纲*(河北省中药研究与开发重点实验室/承德医学院中药研究所,河北承德 067000)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)18-2549-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.18.29

摘要 目的:建立同时测定栀子金花分散片中栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为 Dimonsil C₁₈,流动相为甲醇-0.05%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为0.8 mL/min,检测波长为254 nm,柱温为25 ℃,进样量为20 μL。结果:栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚检测进样量线性范围分别为0.032 3~0.323 μg($r=0.999\ 8$)、0.137 4~1.374 μg($r=0.999\ 9$)、0.003 72~0.037 2 μg($r=0.999\ 7$)、0.006 9~0.069 μg($r=0.999\ 5$)、0.003 32~0.033 2 μg($r=0.999\ 7$)、0.008 64~0.086 4 μg($r=0.999\ 7$)、0.001 22~0.012 2 μg($r=0.999\ 5$);定量限分别为0.032 1、0.137 4、0.003 72、0.006 7、0.003 30、0.008 64、0.001 22 μg,检测限分别为0.009 5、0.004 1、0.001 2、0.002 0、0.001 0、0.002 6、0.000 3 μg;精密密度、稳定性、重复性试验的RSD<3%;加样回收率分别为96.54%~99.52%(RSD=1.17%, $n=6$)、97.23%~101.23%(RSD=1.36%, $n=6$)、97.22%~101.25%(RSD=1.83%, $n=6$)、97.32%~100.23%(RSD=1.09%, $n=6$)、97.99%~102.71%(RSD=1.73%, $n=6$)、96.99%~100.23%(RSD=1.21%, $n=6$)、96.99%~103.01%(RSD=2.31%, $n=6$)。结论:该方法操作简便、重复性好,可用于同时测定栀子金花分散片中7种成分的含量。

关键词 高效液相色谱法;栀子金花分散片;栀子苷;黄芩苷;芦荟大黄素;大黄酸;大黄素;大黄酚;大黄素甲醚;含量

Simultaneous Determination of 7 Components in Zhizi Jinhua Dispersible Tablets by HPLC

XIAO Ya, LI Jing, CHANG Jinhua, CHEN Wei, LIU Cui zhe, LIU Xigang (Hebei Provincial Key Laboratory of Research and Development for TCM/Institute of TCM Research, Chengde Medical College, Hebei Chengde

表4 样品含量测定结果($n=3, \%$)

Tab 4 Results of contents determination of samples ($n=3, \%$)

No.	灰毡毛忍冬皂苷甲		灰毡毛忍冬皂苷乙		川续断皂苷乙		灰毡毛忍冬次皂苷甲		灰毡毛忍冬次皂苷乙	
	ESM	QAMS	ESM	QAMS	ESM	QAMS	ESM	QAMS	ESM	QAMS
1	0.052	0.058	4.441		0.810	0.766	0.049	0.041	0.031	0.035
2	0.061	0.063	5.136		1.247	1.214	0.046	0.050	0.042	0.041
3	0.062	0.058	5.045		1.113	1.223	0.054	0.059	0.029	0.032
4	0.045	0.043	4.451		1.342	1.312	0.051	0.054	0.027	0.025
5	0.070	0.071	4.937		1.324	1.341	0.039	0.031	0.041	0.047
6	0.052	0.055	5.273		0.723	0.783	0.051	0.052	0.030	0.031
7	0.082	0.091	4.259		0.917	0.804	0.055	0.053	0.026	0.030
8	0.083	0.081	4.317		0.624	0.531	0.036	0.032	0.043	0.039
9	0.094	0.089	4.412		0.982	0.945	0.041	0.044	0.027	0.030
10	0.065	0.063	6.185		1.181	1.170	0.044	0.053	0.038	0.035

呈现出一定的相关性,故一测多评法相应产生,解决了中药测定中对照品缺失等问题,为中药的标准化和规范化奠定了基础^[5-6]。

本试验通过对对照品溶液的测量,计算RCF,并考

^Δ 基金项目:河北省高等学校科学技术研究项目(No. QN2014145);河北省高校省级重点学科(No.冀教高[2013]4号);承德市科学技术研究与发展计划项目(No.201021020)

* 硕士研究生。研究方向:中药制剂现代化。电话:0314-2290629。E-mail:1391959216@qq.com

通信作者:副教授,硕士。研究方向:中药制剂现代化。电话:0314-2290629。E-mail:liuxg@mail@sina.com

察不同HPLC仪、不同色谱柱、不同柱温和不同流速对RCF的影响,结果显示以上因素对RCF无显著影响。最后将计算值与实测值的结果进行了比较,结果表明,差异无统计学意义。因此在缺少对照品的情况下,可以利用RCF对山银花药材的皂苷类成分进行含量测定。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 2015年版. 北京:中国医药科技出版社, 2015:30.
- [2] 何兵, 杨世艳, 张燕. 一测多评法中待测成分校正和定位的新方法研究[J]. 药学学报, 2012, 47(12):1653-1659.
- [3] 文乾映, 龙芳, 杨华, 等. 中药质量控制中一测多评法的应用进展[J]. 中国药房, 2014, 25(23):2185-2187.
- [4] Hou JJ, Wu WY, Liang J, et al. A single, multi-faceted, enhanced strategy to quantify the chromatographically diverse constituents in the roots of *Euphorbia kansui*[J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2014, 88(4):321-328.
- [5] Hou JJ, Wu WY, Da J, et al. Ruggedness and robustness of conversion factors in method of simultaneous determination of multi-components with single reference standard [J]. *J Chroma Togr A*, 2011, 1218(33):5618-5627.
- [6] 陆兔林, 李金慈, 于江泳, 等. 中药标准物质在中药饮片质量控制中的应用[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(1):149-152.

(收稿日期:2016-09-06 修回日期:2017-03-27)

(编辑:张 静)

ABSTRACT OBJECTIVE: To develop a method for simultaneous determination of geniposide, baicalin, aloe-emodin, rhein, emodin, chrysophanol and physcion in Zhizi jinhua dispersible tablets. METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on Dimonsil C₁₈ column with mobile phase consisted of methanol-0.05% phosphoric acid (gradient elution) at the flow rate of 0.8 mL/min. The detection wavelength was set at 254 nm, and the column temperature was 25 °C. The sample size was 20 μL. RESULTS: The linear ranges of geniposide, baicalin, aloe-emodin, rhein, emodin, chrysophanol and physcion were 0.032 3-0.323 μg ($r=0.999\ 8$), 0.137 4-1.374 μg ($r=0.999\ 9$), 0.003 72-0.037 2 μg ($r=0.999\ 7$), 0.006 9-0.069 μg ($r=0.999\ 5$), 0.003 32-0.033 2 μg ($r=0.999\ 7$), 0.008 64-0.086 4 μg ($r=0.999\ 7$) and 0.001 22-0.012 2 μg ($r=0.999\ 5$), respectively. The limits of quantitation were 0.032 1, 0.137 4, 0.003 72, 0.006 7, 0.003 30, 0.008 64, 0.001 22 μg, respectively. The limits of detection were 0.009 5, 0.004 1, 0.001 2, 0.002 0, 0.001 0, 0.002 6, 0.000 3 μg, respectively. RSDs of precision, stability and reproducibility tests were all lower than 3%. The average recoveries were 96.54%-99.52% (RSD=1.17%, $n=6$), 97.23%-101.23% (RSD=1.36%, $n=6$), 97.22%-101.25% (RSD=1.83%, $n=6$), 97.32%-100.23% (RSD=1.09%, $n=6$), 97.99%-102.71% (RSD=1.73%, $n=6$), 96.99%-100.23% (RSD=1.21%, $n=6$), 96.99%-103.01% (RSD=2.31%, $n=6$), respectively. CONCLUSIONS: The methods is simple and reproducible. It can be used for the content determination of 7 components in Zhizi jinhua dispersible tablets.

KEYWORDS HPLC; Zhizi jinhua dispersible tablets; Geniposide; Baicalin; Aloe-emodin; Rhein; Emodin; Chrysophanol; Physcion; Content

栀子金花分散片是由栀子金花丸剂型改进而成,由栀子、黄连、黄芩、黄柏、大黄、金银花、知母、天花粉等8味中药组成^[1-4],收载于2015年《中国药典》(一部)^[5],具有清热泻火、凉血解毒的功效。本课题组前期将方中药物提取后,加入辅料制成栀子金花分散片^[6-7],由于分散片中有效成分较多,为了更好地控制其质量,需建立该制剂中多种有效成分的含量测定方法。因此,本课题组采用高效液相色谱法(HPLC)建立了测定该制剂中7种有效成分的方法,以期完善栀子金花分散片的质量控制提供参考。

1 材料

1.1 仪器

1260型HPLC仪,包括二极管阵列检测器、自动进样器、EZChrom色谱工作站(美国Agilent公司);N-1100型旋转蒸发器(东京理化公司);SHD-III型循环水式多用真空泵(保定高新区阳光科教仪器厂);ZDY-8型重型单冲压片机(上海远东制药机械总厂);JA-2003型电子天平(北京精科电子天平);AG-254型电子分析天平(瑞士Mettler-Toledo公司);DT5-6型高速离心机(北京时代北利离心有限公司);KQ2200DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司,功率:100 W,频率:40 kHz);XY-500A型高速多功能粉碎机(浙江省永康市松青五金工具厂);Milli-Q Adrantage A10型超纯水仪(美国Millipore公司)。

1.2 药品与试剂

栀子金花分散片(河北省中药研究与开发重点实验室/承德医学院中药研究所自制,批号:20140401、20140402、20140403,规格:0.5 g/片);栀子苷对照品(批号:110749-201115,纯度:99.7%)、黄芩苷对照品(批号:110715-201117,纯度:91.7%)、芦荟大黄素对照品(批

号:110795-201308,纯度:97.8%)、大黄酸对照品(批号:110757-200206,纯度:>98%)、大黄素对照品(批号:110756-200110,纯度:>98%)、大黄酚对照品(批号:110796-201319,纯度:99.6%)、大黄素甲醚对照品(批号:110758-201415,纯度:99.1%)均购自中国食品药品检定研究院;甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Dimonsil C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇(A)-0.05%磷酸溶液(B),梯度洗脱(0~18 min, 25% A; 18~20 min, 25%→35% A; 20~30 min, 35% A; 30~50 min, 35%→60% A; 50~55 min, 60%→80% A; 55~80 min, 80% A);流速:0.8 mL/min;检测波长:254 nm;柱温:25 °C;进样量:20 μL^[8]。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 精密称取栀子苷对照品3.23 mg,置于10 mL量瓶中;黄芩苷对照品6.87 mg,置于10 mL量瓶中;芦荟大黄素对照品4.65 mg,置于25 mL量瓶中;大黄酸对照品3.45 mg,置于50 mL量瓶中;大黄素对照品4.15 mg,置于25 mL量瓶中;大黄酚对照品2.16 mg,置于25 mL量瓶中;大黄素甲醚对照品2.03 mg,置于100 mL量瓶中,均加甲醇适量,超声处理40 min使溶解,放冷至室温,加甲醇定容,制成单一对照品贮备液。精密量取上述栀子苷对照品贮备液5 mL,黄芩苷对照品贮备液10 mL,芦荟大黄素对照品贮备液1 mL,大黄酸对照品贮备液5 mL,大黄素对照品贮备液1 mL,大黄酚对照品贮备液5 mL,大黄素甲醚对照品贮备液3 mL,置于同一100 mL量瓶中,加甲醇定容,混匀,即得。

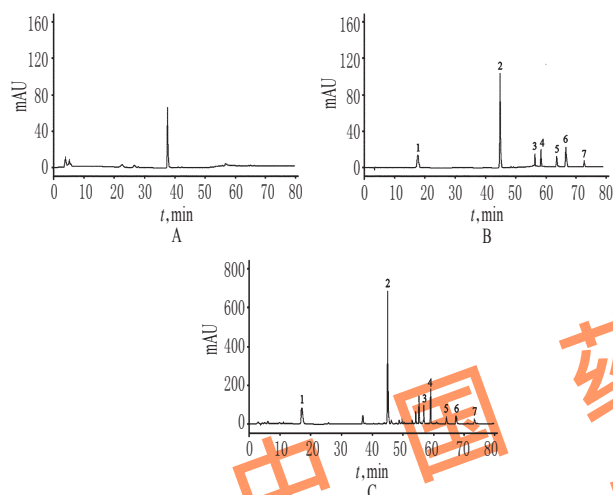
2.2.2 供试品溶液 精密称取样品细粉约0.20 g,置于

10 mL 量瓶中,加70%甲醇溶液适量,超声处理40 min,放冷至室温,加70%甲醇溶液定容,以半径5 cm、13 000 r/min 离心15 min,取上清液作为供试品溶液。

2.2.3 阴性对照溶液 按样品的处方比例及工艺制备不含栀子、黄芩、大黄总蒽醌的阴性对照样品,再按“2.2.2”项下方法制备阴性对照溶液。

2.3 系统适用性试验

精密量取“2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱,详见图1。由图1可知,在该色谱条件下,理论板数以栀子苷峰计为5 000,保留时间为18.3 min;各成分均能达到基线分离,分离度>1.5,结果表明其他成分对测定不干扰。



A.阴性对照;B.混合对照品;C.供试品;1.栀子苷;2.黄芩苷;3.芦荟大黄素;4.大黄酸;5.大黄素;6.大黄酚;7.大黄素甲醚
A.negative control; B.mixed control; C.test sample; 1.geniposide; 2.baicicalin; 3.aloe-emodin; 4.rhein; 5.emodin; 6.chrysophanol; 7.physcion

图1 高效液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

2.4 线性关系考察

分别量取“2.2.1”项下混合对照品溶液2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL,分别置于10 mL量瓶中,加70%甲醇溶液定容,即得系列混合对照品溶液。取上述系列混合对照品溶液适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以待测成分进样量($x, \mu\text{g}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程与线性范围,详见表1。

表1 回归方程与线性范围

Tab 1 Regression equations and linear ranges

待测成分	回归方程	r	线性范围, μg
栀子苷	$y=2.09 \times 10^4 x - 18\ 276$	0.999 8	0.032 3~0.323
黄芩苷	$y=2.07 \times 10^4 x + 60\ 103$	0.999 9	0.137 4~1.374
芦荟大黄素	$y=9.07 \times 10^3 x + 27\ 997$	0.999 7	0.003 72~0.037 2
大黄酸	$y=7.02 \times 10^3 x + 51\ 266$	0.999 5	0.006 9~0.069
大黄素	$y=6.78 \times 10^3 x + 34\ 962$	0.999 7	0.003 32~0.033 2
大黄酚	$y=1.09 \times 10^4 x - 10\ 799$	0.999 7	0.008 64~0.086 4
大黄素甲醚	$y=3.51 \times 10^3 x - 14\ 476$	0.999 5	0.001 22~0.012 2

2.5 定量限与检测限考察

取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,倍比稀释,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。当信噪比为10:1时,得定量限(LOQ);当信噪比为3:1时,得检测限(LOD)。结果,栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的LOQ分别为0.032 1、0.137 4、0.003 72、0.006 7、0.003 30、0.008 64、0.001 22 μg , LOD分别为0.009 5、0.004 1、0.001 2、0.002 0、0.001 0、0.002 6、0.000 3 μg 。

2.6 精密度试验

取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚峰面积的RSD分别为0.40%、0.32%、0.81%、0.47%、1.42%、0.30%、2.47% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.7 稳定性试验

取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:20140401)适量,分别于室温下放置0、3、5、6、8、24 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚峰面积的RSD分别为0.40%、0.46%、1.89%、0.60%、0.53%、0.44%、1.00% ($n=6$),表明供试品溶液在室温下放置24 h内稳定性良好。

2.8 重复性试验

取样品(批号:20140401)细粉适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算各待测成分含量。结果,栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚含量的平均值分别为17.60、72.40、2.26、4.78、0.98、1.36、0.35 mg/g, RSD分别为2.69%、1.41%、2.51%、2.50%、1.60%、2.68%、1.86% ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.9 加样回收率试验

取样品(批号:20140401)细粉适量,共6份,分别加入一定质量的栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚对照品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算加样回收率,结果见表2。

2.10 样品含量测定

取3批样品细粉各适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算各待测成分的含量,详见表3。

3 讨论

3.1 流动相的选择

本课题组考察了不同的流动相[甲醇-0.05%磷酸溶液、乙腈-0.05%磷酸溶液、乙腈-0.1%磷酸溶液、甲醇-0.5%冰乙酸、甲醇-水-冰醋酸],结果发现乙腈-0.05%磷酸溶液、乙腈-0.1%磷酸溶液、甲醇-0.5%冰乙酸、甲

表2 加样回收率试验结果(n=6)

Tab 2 Results of recovery tests(n=6)

待测成分	取样量, mg	样品含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
栀子苷	10.03	176.53	177.65	353.33	99.52	98.25	1.17
	10.12	178.11	177.65	351.00	97.32		
	10.85	190.96	177.65	367.05	99.12		
	10.42	183.39	177.65	357.70	98.12		
	11.24	197.82	177.65	373.50	98.89		
	10.35	182.16	177.65	353.66	96.54		
黄芩苷	10.03	726.17	755.37	1480.56	99.87	99.26	1.36
	10.12	732.69	755.37	1497.35	101.23		
	10.85	785.54	755.37	1519.99	97.23		
	10.42	754.41	755.37	1504.64	99.32		
	11.24	813.78	755.37	1558.72	98.62		
	10.35	749.34	755.37	1499.57	99.32		
芦荟大黄素	10.03	22.67	22.32	44.39	97.32	99.10	1.83
	10.12	22.87	22.32	45.47	101.25		
	10.85	24.52	22.32	46.66	99.19		
	10.42	23.55	22.32	45.25	97.22		
	11.24	25.40	22.32	48.00	101.25		
	10.35	23.39	22.32	45.35	98.39		
大黄酸	10.03	47.94	48.30	95.43	98.32	98.51	1.09
	10.12	48.37	48.30	95.86	98.32		
	10.85	51.86	48.30	100.27	100.23		
	10.42	49.81	48.30	96.96	97.62		
	11.24	53.73	48.30	101.66	99.23		
	10.35	49.47	48.30	96.48	97.32		
大黄素	10.03	9.83	9.96	19.78	99.90	100.13	1.73
	10.12	9.92	9.96	19.74	98.59		
	10.85	10.63	9.96	20.39	97.99		
	10.42	10.21	9.96	20.30	101.31		
	11.24	11.02	9.96	21.01	100.30		
	10.35	10.14	9.96	20.37	102.71		
大黄酚	10.03	16.65	17.28	33.41	96.99	97.96	1.21
	10.12	16.80	17.28	33.62	97.34		
	10.85	18.01	17.28	35.33	100.23		
	10.42	17.30	17.28	34.12	97.34		
	11.24	18.66	17.28	35.63	98.21		
	10.35	17.18	17.28	34.05	97.63		
大黄素甲醚	10.03	3.51	3.66	7.19	100.55	99.27	2.31
	10.12	3.54	3.66	7.31	103.01		
	10.85	3.80	3.66	7.39	98.09		
	10.42	3.65	3.66	7.21	97.27		
	11.24	3.93	3.66	7.58	99.73		
	10.35	3.62	3.66	7.17	96.99		

表3 样品含量测定结果(n=3, mg/g)

Tab 3 Results of contents determination of samples (n=3, mg/g)

样品批号	栀子苷	黄芩苷	芦荟大黄素	大黄酸	大黄素	大黄酚	大黄素甲醚
20140401	17.63	72.13	2.17	4.65	0.98	1.46	0.33
20140402	16.98	73.23	2.31	4.99	1.13	1.65	0.47
20140403	15.10	78.89	2.28	4.82	1.01	1.39	0.37

醇-水-冰醋酸为流动相进行梯度洗脱时色谱基线不稳,而选择甲醇-0.05%磷酸溶液作为流动相进行梯度洗脱时,色谱的峰形和分离度均较好^[9]。因此,选择上述溶液为本试验的流动相。

3.2 提取溶剂和超声时间的选择

本试验对比了甲醇、乙醇、70%甲醇溶液、70%乙醇溶液作为提取溶剂的回收率,发现采用70%甲醇溶液为提取溶剂时,回收率较好。又考察了不同的超声时间(20、40、60 min)对回收率的影响,结果表明,超声处理40 min可将样品中的栀子苷、黄芩苷、芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚提取完全。因此,本试验选择提取溶剂为70%甲醇溶液,超声处理时间为40 min。

3.3 测定波长的选择

为了方便分析,笔者选择在同一波长下测定各待测成分,参照相关文献^[10-14]中各待测成分的波长,发现芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚在254 nm波长处均有最大吸收,栀子苷和黄芩苷的最大吸收虽然不在254 nm,但二者在制剂中含量比较高,采用254 nm作为测定波长能够达到方法学考察的要求。因此,选择254 nm作为本试验的测定波长。

综上所述,本方法操作简便、重复性好,可用于同时测定栀子金花分散片中7种成分的含量。

参考文献

- [1] 陈晓虎,苏晶,王慧,等.UPLC法同时测定栀子金花丸中11种成分[J].中草药,2014,45(7):955-959.
- [2] 赵倩,冯伟红,张启伟,等.“一测多评”法用于栀子金花丸多成分含量测定的可行性研究[J].中国中药杂志,2014,39(10):1826-1833.
- [3] 郝乘仪,郭淑英,朱鹤云,等.高效液相色谱法同时测定栀子金花丸中9个成分的含量[J].药物分析杂志,2014,34(9):1571-1575.
- [4] 王晓可,毋福海.栀子金花丸中栀子苷含量的胶束毛细管电泳法测定[J].时珍国医国药,2011,22(9):2084-2086.
- [5] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:1165.
- [6] 赵文普,崔英慧,刘喜纲,等.栀子金花分散片的制备[J].中国医院药学杂志,2012,32(8):584-587.
- [7] 陈威,赵东风,史红娟,等.HPLC法测定栀子金花分散片中盐酸小檗碱的含量[J].承德医学院学报,2014,31(1):17-19.
- [8] 陈威,尹长江,刘翠哲,等.测定栀子金花丸中3种成分的含量及栀子苷的溶出度[J].天津药学,2015,27(3):4-6.
- [9] 刘喜纲,常金花,王汝兴,等.大黄总蒽醌的提取精制工艺研究[J].中国医院药学杂志,2015,35(15):1366-1371.
- [10] 杨璐璐,秦学玲,彭静,等.HPLC法测定中药愈伤便捷湿巾药液中栀子苷的含量[J].中国药房,2015,26(33):4701-4703.
- [11] 章运典,周里欣,陈洪英.RP-HPLC法同时测定天智颗粒中天麻素、栀子苷、芦丁和黄芩苷[J].中成药,2014,36(8):1670-1673.
- [12] 吴茵,穆华,刘勇,等.UPLC-MS/MS法同时测定玄麦甘桔颗粒中8种有效成分[J].中草药,2015,46(20):3034-3038.
- [13] 李想,卢静华.HPLC法同时测定加味香连丸中芍药苷、

复方芪麻胶囊的质量标准研究[△]

孙冬梅^{1*}, 林晓燕^{1,2}, 李素梅¹, 江洁怡¹, 罗文汇¹, 陈雪^{1,2} (1.广东省中医药工程技术研究院/广东省中医药研究开发重点实验室, 广州 510095; 2.广州中医药大学附属广东第二中医院, 广州 510405)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)18-2553-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.18.30

摘要 目的:建立复方芪麻胶囊的质量标准。方法:采用薄层色谱法(TLC)对制剂中黄芪、天麻、化橘红和川芎进行定性鉴别;采用高效液相色谱法测定制剂中天麻素和对羟基苯甲醇的含量;色谱柱为 Waters XBridge C₁₈, 流动相为乙腈-0.05%磷酸溶液(3:97, V/V), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 220 nm, 柱温为 25 ℃, 进样量为 10 μL。结果:黄芪、天麻、化橘红和川芎的 TLC 图斑点清晰, 分离度好, 阴性对照无干扰。天麻素、对羟基苯甲醇检测质量浓度线性范围分别为 7.97~59.76 μg/mL ($r=0.999\ 5$)、4.27~32.04 μg/mL ($r=0.999\ 9$); 精密性、稳定性、重复性试验的 RSD < 1.0%; 加样回收率分别为 98.98%~100.11% (RSD = 0.35%, $n=9$)、98.74%~100.23% (RSD = 0.43%, $n=9$)。结论:该研究所建标准可用于复方芪麻胶囊的质量控制。

关键词 复方芪麻胶囊; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

Study on Quality Standard for Compound Qima Capsules

SUN Dongmei¹, LIN Xiaoyan^{1,2}, LI Sumei¹, JIANG Jieyi¹, LUO Wenhui¹, CHEN Xue^{1,2} (1. Guangdong Provincial Institute of TCM Engineering Technology Research/Guangdong Provincial Key Lab of Research and Development in TCM, Guangzhou 510095, China; 2. Guangdong Second Chinese Medical Hospital Affiliated to Guangzhou University of TCM, Guangzhou 510405, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the quality standard for Compound qima capsules. METHODS: TLC was used for the qualitative identification of *Radix astragali*, *Gastrodia elata*, Pummelo Peel and *Ligusticum chuanxiong*. HPLC method was adopted for the contents determination of gastrodin and gastrodigenin. The determination was performed on Waters XBridge C₁₈ column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.05% phosphoric acid (3:97, V/V) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 220 nm, column temperature was 25 ℃ and sample size was 10 μL. RESULTS: The TLC spots of *R. astragali*, *G. elata*, Pummelo Peel and *L. chuanxiong* were clear and well separated without the interference of negative samples. The linear ranges of gastrodin and gastrodigenin were 7.97-59.76 μg/mL ($r=0.999\ 5$), 4.27-32.04 μg/mL ($r=0.999\ 9$). RSDs of precision, stability and repeatability tests were all lower than 1.0%. Recoveries of them were 98.98%-100.11% (RSD = 0.35%, $n=9$), 98.74%-100.23% (RSD = 0.43%, $n=9$), respectively. CONCLUSIONS: Established method can be used for quality control of Compound qima capsules.

KEYWORDS Compound qima capsules; Quality standard; TLC; HPLC

复方芪麻胶是由黄芪、天麻、茯苓、法半夏、化橘红、泽泻、川芎 7 味中药经水煎浓缩制备而成, 具有健脾益气、化痰通络的功效, 用于治疗高血压气虚痰浊型。经广州中医药大学附属第二中医院多年临床使用证实, 其具有确切的疗效, 但一直没有完善的质量标准, 缺乏定性鉴别和含量测定项目。为全面有效地控制该制剂质量, 并确保临床用药的安全有效, 本试验采用薄层鉴别法(TLC)对黄芪、天麻、化橘红和川芎 4 味药材进行定性鉴别, 同时采用高效液相色谱法(HPLC)测定制剂中天

麻素和对羟基苯甲醇含量, 为其质量标准的制定提供一定科学依据。

1 材料

1.1 仪器

Waters e2695-2489 型 HPLC 仪, 包括 DAD 检测器(美国 Waters 公司); AT-201 型电子分析天平(瑞士 Mettler-Toledo 公司); KQ5200DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司, 功率: 700 W, 频率: 40 kHz); HH 型数显恒温水浴锅(金控市科技仪器有限公

柚皮苷、橙皮苷和黄芩苷[J]. 中成药, 2015, 37(9):

[△] 基金项目: 广东省中医药局中医药强省专项(No. 粤中医办函[2015]102号)

* 主任中药师, 教授。研究方向: 中药质量评价。E-mail: 1026866717@qq.com

1955-1958.

[14] 孙永慧, 李文春. HPLC 同时测定双黄连粉针剂中 5 种成分的含量[J]. 中成药, 2010, 32(1): 65-68.

(收稿日期: 2016-08-12 修回日期: 2016-12-21)

(编辑: 刘柳)