

当归补血丸指纹图谱及3种指标成分含量测定方法的建立[△]

范佳儿^{1*}, 刘银榕¹, 晁志¹, 田恩伟^{1,2,3#}(1.南方医科大学中医药学院,广州 510515;2.广东省中药制剂重点实验室,广州 510515;3.广东省中药制剂技术工程实验室,广州 510515)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2022)11-1343-06

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2022.11.11



摘要 目的 建立当归补血丸的指纹图谱以及3种指标性成分(阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷)的含量测定方法。方法以来自2个厂家的15批当归补血丸为样品,采用高效液相色谱(HPLC)法进行分析。色谱柱为Hypersil ODS2 C₁₈;柱温为25℃;流动相为乙腈-0.2%甲酸溶液(梯度洗脱);流速为1.0 mL/min;进样量为20 μL;检测器为紫外检测器[检测波长分别为250 nm(毛蕊异黄酮葡萄糖苷)、323 nm(阿魏酸)]和蒸发光散射检测器(黄芪甲苷)。通过《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)》建立15批当归补血丸的HPLC指纹图谱并进行相似度评价,通过与对照品图谱及对照药材图谱比对进行色谱峰的指认和归属,并测定其中阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷的含量。结果 15批样品指纹图谱中有33个共有峰,相似度均不低于0.893,并指认出13号峰为阿魏酸、15号峰为毛蕊异黄酮葡萄糖苷;通过与对照药材色谱图进行比对,发现1~3、7、8、10、12、13(阿魏酸)、17~19、27~29、32、33号峰归属于当归,14、15(毛蕊异黄酮葡萄糖苷)、20~23、25号峰归属于黄芪。含量测定方法学考察结果均符合相关要求,15批样品中阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷的平均含量分别为0.050 1、0.402 6、0.913 4 mg/g。**结论** 本研究建立了当归补血丸的HPLC指纹图谱及3种指标成分的HPLC定量分析方法,所建方法准确可靠、重复性好。

关键词 当归补血丸;指纹图谱;阿魏酸;毛蕊异黄酮葡萄糖苷;黄芪甲苷;含量测定;质量控制

Establishment of the fingerprints for Danggui buxue pills and the method for the content determination of three indicative constituents

FAN Jia'er¹, LIU Yinrong¹, CHAO Zhi¹, TIAN Enwei^{1,2,3}(1. School of Traditional Chinese Medicine, Southern Medical University, Guangzhou 510515, China; 2. Guangdong Province Key Laboratory of TCM, Guangzhou 510515, China; 3. Guangdong Laboratory of TCM Preparation Technology Engineering, Guangzhou 510515, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE** To establish the fingerprints of Danggui buxue pills and the method for the content determination of three indicative constituents (ferulic acid, calycosin 7-O-β-D-glucoside and astragaloside IV). **METHODS** Fifteen batches of Danggui buxue pills from two manufacturers were analyzed by high performance liquid chromatography (HPLC). The determination was performed on a Hypersil ODS2 C₁₈ column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.2% formic acid (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The column temperature was set at 25 ℃, and the sample size was 20 μL. UV detector [detection wavelengths were 250 nm (calycosin 7-O-β-D-glucoside), 323 nm (ferulic acid)] and evaporative light scattering detector (astragaloside IV) were selected as detectors. HPLC fingerprints of 15 batches of Danggui buxue pills were established with *Similarity Evaluation System of TCM Chromatographic Fingerprint* (2012 edition). The chromatographic peaks were identified and assigned by comparing with the chromatogram of the reference substance and reference medicinal material; the contents of ferulic acid, calycosin 7-O-β-D-glucoside and astragaloside IV were also determined. **RESULTS** There were 33 common peaks in the fingerprints of 15 batches of samples with the similarities not lower than 0.893. Ferulic acid and calycosin 7-O-β-D-glucoside were identified as peak 13 and 15, respectively. Compared with the chromatogram of reference medicinal material, it could be found that peaks 1-3, 7, 8, 10, 12, 13 (ferulic acid), 17-19, 27-29, 32 and 33 belonged to *Angelica sinensis*, and peak 14, 15 (calycosin 7-O-β-D-glucoside), 20-23, 25 belonged to *Astragalus membranaceus*. The methodology of content determination met the requirements. The mean contents of ferulic acid, calycosin 7-O-β-D-glucoside and astragaloside IV in 15 batches of samples were 0.050 1, 0.402 6, 0.913 4 mg/g. **CONCLUSIONS** In this study, HPLC fingerprints of Danggui buxue

△ 基金项目:广东省科技计划项目(No.2016A020226029);广州市科技计划项目(No.2022-01-01-11-3028-0066);2021年南方医科大学“科研启蒙计划项目”

* 本科生。研究方向:中药鉴定与质量控制。E-mail:2983997864@qq.com

通信作者:副教授,硕士生导师,博士。研究方向:中药资源与质量控制。E-mail:tianenwei@126.com

pills and the method of HPLC quantitative analysis for three indicative constituents are established. Established methods are accurate, reliable and repeatable.

KEYWORDS Danggui buxue pills; fingerprints; ferulic acid; calycosin 7-O-β-D-glucoside; astragaloside IV; content determination; quality control

当归补血汤出自《内外伤辨惑论》，由当归、黄芪按1:5的比例配伍而成，具有益气生血的功效，主治血虚阳浮发热证，为甘温除热法代表方之一^[1]。当归补血丸由当归补血汤改良而来：将当归160 g、黄芪400 g粉碎成细粉，过筛，混匀，加炼蜜30~40 g与适量的水，泛丸，干燥，即得^[2-3]。当归补血丸中含有多种黄酮苷类、氨基酸类、有机酸类等成分^[4]，具有补气养血的功效，用于身体虚弱、气血两虚，是妇科临床常用中成药^[2]。

目前，仅有《中华人民共和国卫生部药品标准(中药成方制剂第一册)》从显微鉴别和薄层鉴别项对当归补血丸进行定性质量控制^[2]，尚缺乏相应的定量标准。虽然有研究对当归补血丸开展了定量研究，分别建立了阿魏酸和藁本内酯含量测定的高效液相色谱(HPLC)法^[5-6]，但上述研究也仅对组方中当归的指标成分进行了测定。当归补血丸中化学成分多样，仅对单一成分进行定量检测无法全面反映其整体质量。当归补血丸中以黄芪为君药，当归为臣药，处方具有补气生血的功效。毛蕊异黄酮葡萄糖苷和黄芪甲苷是黄芪中的主要药效成分，具有提高免疫力、抗癌等多方面的药理作用^[7-10]，可作为质量评价指标。阿魏酸作为当归的主要有效成分之一，是2020版《中国药典》(一部)规定的当归指标性成分，具有增强免疫力、抗肿瘤、抗氧化、抗抑郁和保肝等药理作用^[11-14]。鉴于此，本研究以来源于2个厂家的15批当归补血丸为样本，建立HPLC指纹图谱，并同时采用HPLC法测定其中阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和黄芪甲苷的含量，以期为当归补血丸质量标准的完善及其质量控制提供参考。

1 材料

1.1 主要仪器

本研究所用的主要仪器有1260型HPLC仪、G1315B型二极管阵列(DAD)检测器(美国Agilent公司)，Alltech 3300型蒸发光散射(ELSD)检测器(美国Alltech公司)，BSA224S-CW型电子天平(德国Sartorius公司)，HH-S6型水浴锅(江苏金怡仪器科技有限公司)，YM-080S型超声波清洗机(深圳市方奥微电子有限公司)。

1.2 主要药品与试剂

当归、黄芪药材由南方医科大学中医药学院田恩伟副教授于2020年7月分别从甘肃岷县、河北承德采集，并由其鉴定分别为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 和豆科植物膜荚黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. 的干燥根。本研究共收集了2个厂家的15批当归补血丸样品，其中来自A厂家的样品有7批(批号分别为20062022、19123021、21032722、21041122、20092021、21062221、20112321，规格为6 g×10袋，编号S1~S7)，来自B厂家的样品有8批(批号分别为190204、190302、190306、190308、190311、190504、190505、190809，

规格为6 g×10袋，编号S8~S15)。阿魏酸对照品(批号110773-201915，纯度≥99.4%)、黄芪甲苷对照品(批号110781-202118，纯度≥96.9%)均购自北京瑞达恒辉科技发展有限公司；毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品(批号wkq21010405，纯度≥98%)购自四川省维克奇生物科技有限公司；乙腈为色谱纯，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

采用Hypersil ODS2 C₁₈色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)，以乙腈(A)-0.2%甲酸溶液(B)为流动相进行梯度洗脱(0~10 min, 5% A→8% A；10~15 min, 8% A→12% A；15~25 min, 12% A→20% A；25~35 min, 20% A→25% A；35~42 min, 25% A；42~50 min, 25% A→40% A；50~65 min, 40% A→80% A；65~75 min, 80% A)；流速为1.0 mL/min；柱温为25 °C；进样量为20 μL；DAD检测器的检测波长为250 nm(毛蕊异黄酮葡萄糖苷)、323 nm(阿魏酸)；ELSD检测器(黄芪甲苷)的条件为氮气流速1.5 L/min、漂移管温度80 °C、增益值4。

2.2 混合对照品溶液的制备

取阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷对照品各适量，精密称定，加甲醇制成质量浓度分别为1.242 mg/mL的阿魏酸母液、0.846 mg/mL的毛蕊异黄酮葡萄糖苷母液、1.940 mg/mL的黄芪甲苷母液。取各对照品母液1 mL，置于同一10 mL量瓶中，用甲醇稀释并定容，得到阿魏酸质量浓度为124.2 μg/mL、毛蕊异黄酮葡萄糖苷质量浓度为84.6 μg/mL、黄芪甲苷质量浓度为194.0 μg/mL的混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取2 g当归补血丸细粉于锥形瓶中，加入100 mL含4%浓氨试液的80%甲醇(取浓氨试液4 mL，加80%甲醇至100 mL，摇匀即得)，称定质量；然后以80 °C水浴回流1 h，冷却后，再次称定质量，用含4%浓氨试液的80%甲醇补足损失的质量；抽滤，取50 mL滤液蒸干，残渣用80%甲醇复溶，转移到10 mL量瓶中，并以80%甲醇定容，摇匀；用微孔滤膜(0.22 μm)滤过，取续滤液，即得^[8]。

2.4 对照药材溶液的制备

取当归药材细粉和黄芪药材细粉各1 g，按“2.3”项下方法制备当归对照药材溶液和黄芪对照药材溶液。

2.5 HPLC指纹图谱的建立及分析

2.5.1 精密度试验 取当归补血丸(S15)细粉适量，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，再按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次，记录色谱图。结果，以32号峰为参照峰，计算得各共有峰相对保留时间的RSD为0.06%~0.23%(n=6)、相对峰面积的RSD为0.97%~3.09%(n=6)，表明仪器精密度良好。

2.5.2 重复性试验 取同一批当归补血丸(S15)细粉适量,共称取6份,按“2.3”项下方法平行制备6份供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果,以32号峰为参照峰,计算得各共有峰相对保留时间的RSD为0.08%~0.09%(n=6)、相对峰面积的RSD为1.05%~2.54%(n=6),表明此方法重复性良好。

2.5.3 稳定性试验 取当归补血丸(S15)细粉适量,按“2.3”项下方法制备供试品溶液,分别在室温下放置0、2、4、8、12、24 h时,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果,以32号峰为参照峰,计算得各共有峰相对保留时间的RSD为0.02%~0.07%(n=6)、相对峰面积的RSD为0.49%~2.57%(n=6),表明该供试品溶液在室温下24 h内的稳定性良好。

2.5.4 指纹图谱生成及相似度评价 取15批当归补血丸样品细粉,分别按“2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件(其中检测波长为323 nm)进样分析,记录色谱图。将15批样品的HPLC图谱导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)》中,选择样品S1的图谱作为参照图谱,经多点校正后,进行全谱峰匹配生成叠加指纹图谱,并以中位数法生成对照指纹图谱R(见图1)。以对照指纹图谱R为参照,对各样品的色谱图进行相似度评价。结果,在15批样品的叠加指纹图谱中共发现33个共有峰。与生成的对照图谱R比较,15批样品色图谱的相似度在0.893~0.995之间(见表1),表明15批样品的化学成分组成基本相同。

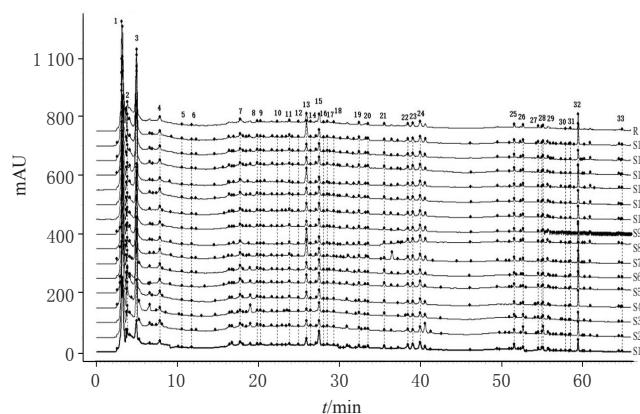


图1 15批样品的叠加指纹图谱和对照指纹图谱R

2.5.5 共有峰的指认和归属 取当归对照药材溶液、黄芪对照药材溶液、“2.2”项下混合对照品溶液和“2.3”项下供试品溶液(S1),分别按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图(见图2)。通过与混合对照品溶液色谱图进行比对,可指认出13号峰为阿魏酸、15号峰为毛蕊异黄酮葡萄糖苷;通过与对照药材色谱图进行比对,可发现1~3、7、8、10、12、13(阿魏酸)、17~19、27~29、32、33号峰归属于当归,14、15(毛蕊异黄酮葡萄糖苷)、20~23、25号峰归属于黄芪。

表1 15批当归补血丸指纹图谱与对照指纹图谱R的相似度评价结果

| 样品编号 | 相似度 | 样品编号 | 相似度 |
|------|-------|------|-------|
| S1 | 0.894 | S9 | 0.981 |
| S2 | 0.946 | S10 | 0.995 |
| S3 | 0.946 | S11 | 0.990 |
| S4 | 0.993 | S12 | 0.988 |
| S5 | 0.976 | S13 | 0.893 |
| S6 | 0.984 | S14 | 0.982 |
| S7 | 0.912 | S15 | 0.973 |
| S8 | 0.995 | | |

2.6 指标成分含量测定

2.6.1 专属性试验 分别取“2.2”项下混合对照品溶液、“2.3”项下供试品溶液(S15)及空白溶剂(80%甲醇),按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图(见图3)。结果显示,阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷的保留时间分别为25.948、27.465、54.664 min,与相邻色谱峰的分离度均大于2.0,理论板数均大于80 000,且空白溶剂对测定无干扰,表明该方法的专属性良好。

2.6.2 线性关系及检测限、定量限考察 分别取“2.2”项下混合对照品溶液0.8、1.0、1.5、2.5、5 mL于5 mL量瓶中,用80%甲醇稀释至刻度,然后按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以样品进样量(x)为横坐标,阿魏酸和毛蕊异黄酮葡萄糖苷以峰面积(y)为纵坐标、黄芪甲苷以峰面积对数值(lgy)为纵坐标绘制标准曲线,并进行线性回归。结果,3种指标成分在各自进样量范围内线性关系均良好(r 为0.999 0~0.999 5)。取“2.2”项下混合对照品适量,以80%甲醇为溶剂进行逐级稀释,以信噪比10:1、3:1分别得定量限和检测限。结果见表2。

2.6.3 精密度试验 取“2.2”项下混合对照品溶液,按“2.1”项下色谱条件连续进样6次,记录峰面积。结果,阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷峰面积的RSD分别为2.02%、2.15%、1.09%(n=6),表明仪器的精密度良好。

2.6.4 稳定性试验 取“2.3”项下供试品溶液(S15),于室温下分别放置0、2、4、8、12、24 h时,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷峰面积的RSD分别为2.37%、0.60%、0.49%(n=6),表明供试品溶液在室温下24 h内稳定性良好。

2.6.5 重复性试验 取同一批样品(S15)6份,每份约2.00 g,分别按“2.3”项下方法制备供试品溶液,然后按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并采用外标法计算含量。结果,阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷的含量分别为0.093 6、0.361 9、0.915 9 mg/g, RSD分别为1.62%、2.99%、1.56%(n=6),表明该方法的重复性良好。

2.6.6 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品(S15)6份,每份约1.00 g,分别按已知成分含量1:1的比

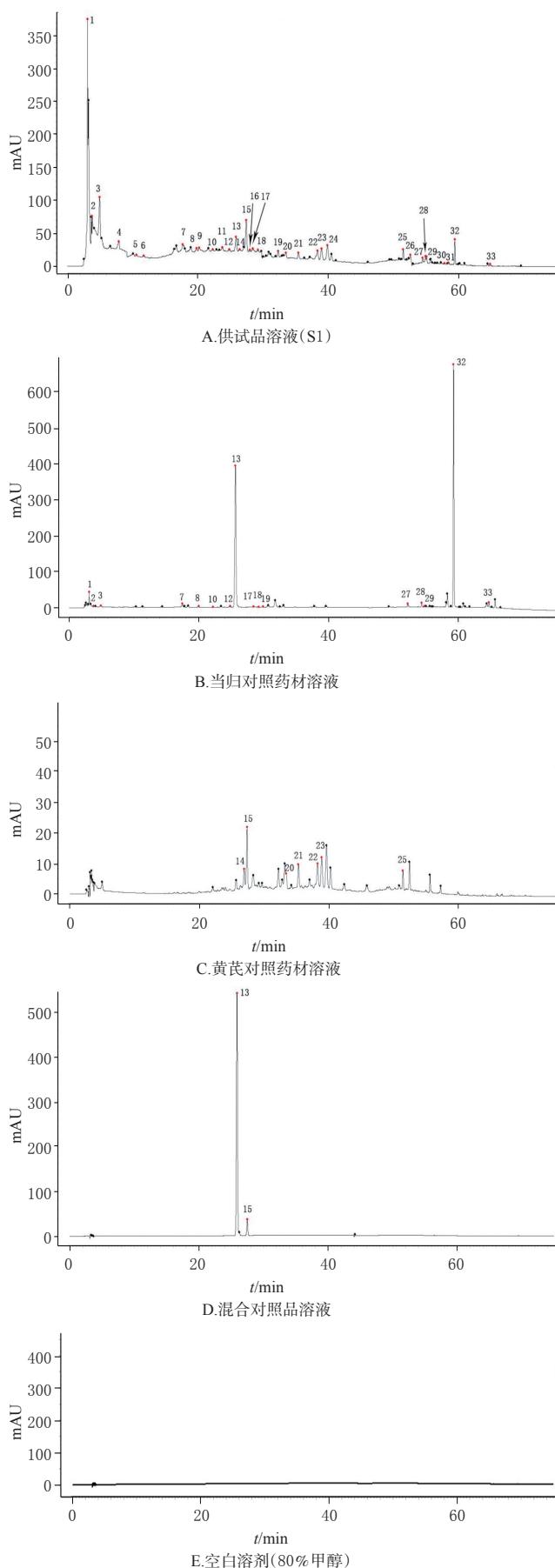


图2 供试品、对照药材、混合对照品溶液和空白溶剂的HPLC图

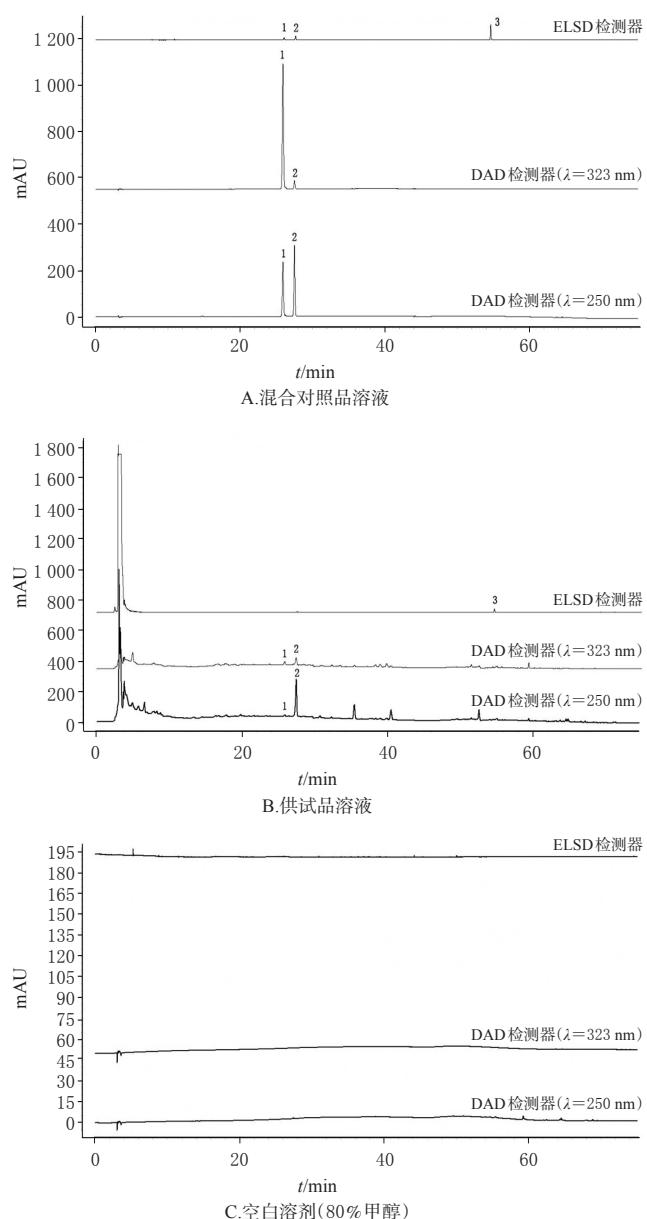


图3 混合对照品溶液、供试品溶液和空白溶剂的HPLC图

表2 线性关系及定量限、检测限考察结果

| 成分 | 回归方程 | r | 线性范围/ μg | 定量限/ (μg/mL) | 检测限/ (μg/mL) |
|-----------|----------------------|--------|-------------|-----------------|-----------------|
| 阿魏酸 | $y=44.9342x-93.9373$ | 0.9992 | 19.87~124.2 | 0.1242 | 0.03726 |
| 毛蕊异黄酮葡萄糖苷 | $y=28.6985x+49.7510$ | 0.9995 | 13.54~84.60 | 0.1795 | 0.05385 |
| 黄芪甲苷 | $y=0.0109x+0.9279$ | 0.9990 | 31.04~194.0 | 7.2310 | 2.16900 |

例加入混合对照品溶液(按“2.2”项下方法制备),然后按“2.3”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,记录峰面积并计算其加样回收率。结果显示,阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷的平均加样回收率分别为95.08%、100.96%、98.19%,RSD分别为2.56%、2.93%、2.59%(n=6),表明该方法的准确度较好。结果见表3。

表3 加样回收率试验结果($n=6$)

| 指标成分 | 取样量/g | 已知含量/mg | 加入量/mg | 测得量/mg | 加样回收率/% | 平均加样回收率/% | RSD/% |
|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|-----------|-------|
| 阿魏酸 | 1.000 2 | 0.093 6 | 0.094 6 | 0.183 8 | 95.35 | 95.08 | 2.56 |
| | 1.009 5 | 0.094 5 | 0.094 6 | 0.186 2 | 96.93 | | |
| | 1.000 5 | 0.093 7 | 0.094 6 | 0.185 0 | 96.51 | | |
| | 1.000 7 | 0.093 7 | 0.094 6 | 0.179 1 | 90.27 | | |
| | 1.001 1 | 0.093 7 | 0.094 6 | 0.184 1 | 95.56 | | |
| | 1.008 9 | 0.094 5 | 0.094 6 | 0.185 2 | 95.88 | | |
| 毛蕊异黄酮葡萄糖苷 | 1.000 2 | 0.362 0 | 0.359 5 | 0.727 0 | 101.53 | 100.96 | 2.93 |
| | 1.009 5 | 0.365 3 | 0.359 5 | 0.741 2 | 104.56 | | |
| | 1.000 5 | 0.362 1 | 0.359 5 | 0.716 6 | 98.61 | | |
| | 1.000 7 | 0.362 2 | 0.359 5 | 0.710 6 | 96.91 | | |
| | 1.001 1 | 0.362 3 | 0.359 5 | 0.723 0 | 100.33 | | |
| | 1.008 9 | 0.365 1 | 0.359 5 | 0.738 4 | 103.84 | | |
| 黄芪甲苷 | 1.000 2 | 0.916 1 | 0.973 3 | 1.890 6 | 100.12 | 98.19 | 2.59 |
| | 1.009 5 | 0.924 6 | 0.973 3 | 1.885 7 | 98.75 | | |
| | 1.000 5 | 0.916 4 | 0.973 3 | 1.824 8 | 93.33 | | |
| | 1.000 7 | 0.916 5 | 0.973 3 | 1.875 5 | 98.53 | | |
| | 1.001 1 | 0.916 9 | 0.973 3 | 1.881 6 | 98.09 | | |
| | 1.008 9 | 0.924 1 | 0.973 3 | 1.900 6 | 100.33 | | |

2.6.7 样品含量测定 取15批当归补血丸样品细粉,分别按“2.3”项下方法制备供试品溶液,然后按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并采用外标法计算3种成分的含量。每批样品平行测定3次,取平均值。结果显示,15批当归补血丸样品中阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、黄芪甲苷的平均含量分别为0.050 1、0.402 6、0.913 4 mg/g。B厂家各批次当归补血丸样品中黄芪甲苷的含量(0.891 2~0.940 0 mg/g)与A厂家样品(0.868 5~0.966 0 mg/g)基本没有差异,但B厂家各批次当归补血丸样品中阿魏酸含量(0.037 7~0.093 4 mg/g)明显高于A厂家样品(0.024 5~0.047 1 mg/g),且B厂家各批次当归补血丸样品中毛蕊异黄酮葡萄糖苷的含量(0.335 3~0.424 2 mg/g)略低于A厂家样品(0.261 6~0.535 6 mg/g)。结果见表4。

表4 15批当归补血丸中3种指标成分的含量测定结果($n=3$,mg/g)

| 厂家 | 样品编号 | 阿魏酸 | 毛蕊异黄酮葡萄糖苷 | 黄芪甲苷 |
|----|------|---------|-----------|---------|
| A | S1 | 0.044 7 | 0.500 5 | 0.905 7 |
| | S2 | 0.040 1 | 0.261 6 | 0.966 0 |
| | S3 | 0.047 1 | 0.518 7 | 0.916 3 |
| | S4 | 0.041 8 | 0.535 6 | 0.902 4 |
| | S5 | 0.024 5 | 0.436 7 | 0.913 5 |
| | S6 | 0.040 4 | 0.374 3 | 0.868 5 |
| | S7 | 0.038 8 | 0.359 4 | 0.951 1 |
| B | S8 | 0.076 7 | 0.335 3 | 0.908 1 |
| | S9 | 0.037 7 | 0.363 1 | 0.940 0 |
| | S10 | 0.046 8 | 0.395 6 | 0.905 7 |
| | S11 | 0.044 1 | 0.422 6 | 0.891 2 |
| | S12 | 0.084 6 | 0.339 4 | 0.906 8 |
| | S13 | 0.046 4 | 0.424 2 | 0.909 5 |
| | S14 | 0.043 8 | 0.411 1 | 0.900 1 |
| | S15 | 0.093 4 | 0.360 9 | 0.915 4 |

3 讨论

3.1 样品提取方法及色谱条件的确定

在前期实验中,笔者考察了超声法和加热回流法对样品提取效果的影响。结果显示,采用加热回流法提取得到的成分较超声法更多,且各成分的提取率更高,故本研究采用加热回流法进行样品提取。本研究测定了阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷以及黄芪甲苷的含量,其中黄芪甲苷因紫外吸收弱,故采用ELSD检测器进行检测。当采用DAD检测器对供试品溶液进行190~400 nm全波长扫描时,发现在250 nm波长处毛蕊异黄酮葡萄糖苷的吸光度高,在323 nm波长处阿魏酸的吸光度高,故本研究分别选择250、323 nm为检测波长。此外,与250 nm波长处所得色谱图进行比较,在323 nm波长处所得色谱图中共有峰数目较多、峰形较好,故本研究在进行指纹图谱分析时选择检测波长为323 nm。

3.2 当归补血丸指纹图谱与3种指标成分含量的分析

通过前期调查,本课题组发现目前当归补血丸的在售厂家仅有2家,故本研究仅选择上述2个厂家的15批样品进行分析。本研究建立了15批当归补血丸样品的HPLC指纹图谱,其与对照指纹图谱R的相似度均大于0.89,表明15批样品的化学成分组成基本相同。在15批当归补血丸样品中,3个指标成分的含量由高到低依次为黄芪甲苷(平均含量为0.913 4 mg/g)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷(平均含量为0.402 6 mg/g)、阿魏酸(平均含量为0.050 1 mg/g)。其中,阿魏酸含量高于魏俊军^[5]报道的结果(平均含量为0.037 3 mg/g)。本研究结果显示,2个厂家生产的当归补血丸中黄芪甲苷的含量基本一致,但B厂家大部分批次样品中阿魏酸含量均高于A厂家样品,A厂家样品中毛蕊异黄酮葡萄糖苷的含量略高于B厂家样品。

综上,本研究建立了当归补血丸的HPLC指纹图谱及3种指标成分的HPLC定量分析方法,所建方法准确可靠、重复性好,可为当归补血丸质量标准的完善及其质量控制提供基础。

参考文献

- [1] 许燕妮,吴江峰,丁舸.当归·黄芪药对在方剂配伍中的意义[J].江西中医药,2018,49(7):73-74.
- [2] 卫生部药典委员会.中华人民共和国卫生部药品标准:中药成方制剂第一册[S].北京:中华人民共和国卫生部药典委员会,1989:68.
- [3] 谢淑玲.一种当归补血丸的制备方法及其工艺探讨[J].辽宁农业职业技术学院学报,2019,21(3):8-10.
- [4] 杨飞霞,王玉,夏鹏飞,等.当归补血汤化学成分、药理作用、临床应用的研究进展及质量标志物的预测分析[J].中国中药杂志,2021,46(11):2677-2685.

(下转第1354页)