

# HPLC-DAD法同时测定肝康复水丸剂中7个成分的含量<sup>Δ</sup>

侯玉华<sup>1\*</sup>,袁 龙<sup>1</sup>,赵功宝<sup>1</sup>,黄培池<sup>1</sup>,杨 慧<sup>1</sup>,曹 媛<sup>1</sup>,张 洪<sup>2</sup>(1.江苏省徐州医药高等职业学校药学技术系,江苏徐州 221116;2.中国矿业大学化工学院,江苏徐州 221000)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)21-2907-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.21.07

**摘要** 目的:建立同时测定肝康复水丸剂中没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>含量的方法。方法:采用高效液相色谱(HPLC)法,以二极管阵列检测器(DAD),色谱柱为Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub>;流动相A为乙腈,流动相B为0.1%磷酸溶液,梯度洗脱;流速为1.0 mL/min;检测波长为267 nm(没食子酸)、235 nm(栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷)、286 nm(丹酚酸B)、274 nm(丹皮酚)、270 nm(丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>);柱温为30 ℃;进样量为10 μL。结果:没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚、丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>检测质量浓度的线性范围分别为4.09~51.17 μg/mL( $r=0.999\ 5$ )、8.35~104.35 μg/mL( $r=0.999\ 1$ )、7.78~97.25 μg/mL( $r=0.999\ 9$ )、7.56~94.54 μg/mL( $r=0.999\ 3$ )、16.70~208.80 μg/mL( $r=0.999\ 5$ )、3.46~43.20 μg/mL( $r=0.999\ 7$ )、23.13~289.10 μg/mL( $r=0.999\ 9$ ),检测限分别为0.09、0.15、0.13、0.12、0.16、0.04、0.24 μg/mL,定量限分别为0.26、0.52、0.48、0.47、0.88、0.18、0.98 μg/mL,平均回收率分别为91.83%、96.11%、96.83%、95.82%、96.93%、93.95%、94.79%( $n=6$ ),精密密度试验的RSD均≤1.00%( $n=6$ ),供试品溶液48 h内稳定性试验的RSD均≤0.96%( $n=6$ ),重复性试验的RSD均≤0.99%( $n=6$ )。结论:本方法准确、可靠,可用于肝康复水丸剂中上述7个成分的含量测定。

**关键词** 高效液相色谱法;二极管阵列检测器;肝康复水丸剂;没食子酸;栀子苷;芍药内酯苷;芍药苷;丹酚酸B;丹皮酚;丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>;含量测定

## Simultaneous Determination of Seven Components in Gankangfu Water Pill by HPLC-DAD

HOU Yuhua<sup>1</sup>, YUAN Long<sup>1</sup>, ZHAO Gongbao<sup>1</sup>, HUANG Peichi<sup>1</sup>, YANG Hui<sup>1</sup>, CAO Yuan<sup>1</sup>, ZHANG Hong<sup>2</sup>(1.Dept. of Pharmaceutical Technology, Xuzhou Medical Vocational School, Jiangsu Xuzhou 221116, China; 2.School of Chemistry, China University of Mining and Technology, Jiangsu Xuzhou 221000, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish a method for simultaneous determination of the contents of gallic acid, jasminoidin, albiflorin, paeoniflorin, danshinolic acid B, paeonol and tanshinone II<sub>A</sub> in Gankangfu water pill. METHODS: HPLC method with DAD was adopted. The determination was performed on Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub> column with mobile phase A consisted of acetonitrile and mobile phase B consisted of 0.1% phosphate solution (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelengths were set at 267 nm (gallic acid), 235 nm (jasminoidin, albiflorin, paeoniflorin), 286 nm (danshinolic acid B), 274 nm (paeonol) and 270 nm (tanshinone II<sub>A</sub>). The column temperature was set at 30 ℃ and sample size was 10 μL.

- 志,2007,5(9):842-844.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:57-59.
- [3] 吴笛,王德勤,李楚源.复方丹参片薄层色谱鉴别方法研究[J].药物分析杂志,2012,32(9):1658-1660.
- [4] 孔菲,丁莹,梁雪,等.川芎、当归的薄层层析鉴别[J].中医学报,2013,41(2):56-57.
- [5] 李清林,尹华,谢斌,等.补肾活血颗粒中红花、附子和甘草的薄层鉴别研究[J].中华中医药学刊,2013,31(4):817-818.
- [6] 李清娟,容彦华,陈素锐,等.养阴清肺颗粒中芍药苷与玄参的同板薄层色谱鉴别[J].中国药师,2014,17(2):335-336.
- [7] 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,2015:40-41、76-77、158-159.
- [8] 傅晓燕,黄巧玲.HPLC与UPLC法对比测定两种川芎药材中阿魏酸的含量[J].中药材,2011,33(7):1070-1072.
- [9] 王妙闻,张艺,张静,等.HPLC测定川芎中的总阿魏酸[J].华西药学杂志,2008,23(1):100-102.
- [10] 刘金环,杨玉琴,张强,等.降黏胶囊质量标准研究[J].中医学报,2013,28(10):1525-1527.
- [11] 吕光华,程世琼,陈金泉,等.HPLC测定川芎药材和饮片中游离阿魏酸和总阿魏酸的含量及其质量评价指标[J].中国中药杂志,2010,35(2):194-198.
- [12] 刘旺培,黄义纯,陈华龙.HPLC法测定天王补心丸中阿魏酸的含量[J].中国药房,2015,26(21):3003-3005.

<sup>Δ</sup> 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.U1510106);徐州市科技计划项目(No.KH7028)

\* 教授。研究方向:中药制剂质量标准及新药研发。电话:0516-82559039。E-mail:houyuhua02@126.com

(收稿日期:2018-05-25 修回日期:2018-09-05)

(编辑:林 静)

RESULTS: The linear range of gallic acid, jasminoidin, albiflorin, paeoniflorin, danshinolic acid B, paeonol and tanshinone II<sub>A</sub> were 4.09-51.17 μg/mL ( $r=0.999\ 5$ ), 8.35-104.35 μg/mL ( $r=0.999\ 1$ ), 7.78-97.25 μg/mL ( $r=0.999\ 9$ ), 7.56-94.54 μg/mL ( $r=0.999\ 3$ ), 16.70-208.80 μg/mL ( $r=0.999\ 5$ ), 3.46-43.20 μg/mL ( $r=0.999\ 7$ ), 23.13-289.10 μg/mL ( $r=0.999\ 9$ ), respectively. The detection limits were 0.09, 0.15, 0.13, 0.12, 0.16, 0.04 and 0.24 μg/mL; quantitative limits were 0.26, 0.52, 0.48, 0.47, 0.88, 0.18 and 0.98 μg/mL, respectively. The average recovery rates were 91.83%, 96.11%, 96.83%, 95.82%, 96.93%, 93.95% and 94.79%, respectively ( $n=6$ ). RSDs of precision test were not more than 1.00% ( $n=6$ ). RSDs of stability test were not more than 0.96% within 48 h ( $n=6$ ), and RSDs of repeatability test were than 0.99% ( $n=6$ ). CONCLUSIONS: The method is accurate and reliable, and can be used for content determination of above 7 components in Gankangfu water pill.

KEYWORDS HPLC; DAD; Gankangfu water pill; Gallic acid; Jasminoidin; Albiflorin; Paeoniflorin; Danshinolic acid B; Paeonol; Tanshinone II<sub>A</sub>; Content determination

肝康复水丸剂(批准文号:苏药制字Z04001632,后文简称肝康复)属于徐州中医院自制丸剂,是由多种中药经提取、精制而成的纯中药复方制剂,临床上主要用于病毒性肝炎的治疗,其功效为疏肝理气和健脾、胃<sup>[1]</sup>。肝康复由炒栀子、白芍、丹皮、丹参、柴胡、香附、当归、白术、川朴、郁金、龙胆草、香附、甘草等多味中药组成,其中白芍为君药,其主要成分包括芍药苷、芍药内酯苷、丹皮酚、没食子酸、苯甲酸;炒栀子为臣药,其主要成分包括栀子苷、栀子新苷、熊果酸;丹参为佐药,其主要成分包括丹酚酸B、隐丹参酮、丹参酮II<sub>A</sub>、丹参酮I;丹皮为使药,其主要成分包括芍药苷、丹皮酚、没食子酸。肝康复成分复杂,为了保证其药品质量,对多组分进行含量测定以控制药品质量尤其重要。

没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚、丹参酮II<sub>A</sub>作为肝康复的主要活性成分,尚未见同时测定其含量的报道。本研究拟采用高效液相色谱(HPLC)法,以二极管阵列检测器(DAD)多波长变换同时测定肝康复中上述7个活性成分的含量,旨在为肝康复的质量控制提供参考。

## 1 材料

### 1.1 仪器

1200 HPLC仪,包括G1312A四元梯度泵、G1329自动进样仪、G1316柱温箱、G1315D DAD、Agilent色谱工作站(美国Agilent公司);XS105十万分之一天平和EL104电子分析天平(瑞士Mettler-Toledo公司);As3120双频数控超声波清洗仪(天津奥特赛斯仪器有限公司);3K15高速冷冻离心机(美国Sigma公司)。

### 1.2 药品与试剂

肝康复水丸剂(徐州市中医院自制制剂,批号:151027、160323、170420、171222,规格:60 g/瓶);没食子酸对照品(批号:110831-201605,纯度:90.8%)、栀子苷对照品(批号:110749-201316,纯度:97.5%)、芍药苷对照品(批号:110736-201640,纯度:95.2%)、丹酚酸B对照品(批号:111562-201212,纯度:95.4%)、丹皮酚对照品(批号:11708-201407,纯度:99.9%)、丹参酮II<sub>A</sub>对照品(批号:110766-201520,纯度:98.9%)均由中国食品药品检定研究院提供;芍药内酯苷对照品(上海安谱实验

科技股份有限公司,批号:76610010,纯度:95.2%);甲醇、乙腈为进口色谱纯;水为屈臣氏纯净水;其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱:Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相A:乙腈,流动相B:0.1%磷酸溶液,梯度洗脱(0 min, 2% A; 0~10 min, 5% A; 10~20 min, 10% A; 20~30 min, 15% A; 30~40 min, 20% A; 40~50 min, 30% A; 50~60 min, 80% A; 60~80 min, 80% A);流速:1.0 mL/min;检测波长:267 nm(没食子酸)、235 nm(栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷)、286 nm(丹酚酸B)、274 nm(丹皮酚)、270 nm丹参酮II<sub>A</sub>;柱温:30 ℃;进样量:10 μL。

### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品贮备液 分别精密称取没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚、丹参酮II<sub>A</sub>对照品适量,加70%甲醇溶液制成没食子酸2.132 mg/mL、栀子苷0.434 8 mg/mL、芍药内酯苷0.810 4 mg/mL、芍药苷1.131 mg/mL、丹酚酸B1.741 mg/mL、丹皮酚0.720 0 mg/mL、丹参酮II<sub>A</sub>0.803 mg/mL的溶液作为各对照品贮备液。

2.2.2 混合对照品溶液 分别精密移取“2.2.1”项下的7种对照品贮备液各适量,置于同一25 mL量瓶中,加甲醇定容摇匀,稀释成没食子酸51.17 μg/mL、栀子苷104.4 μg/mL、芍药内酯苷97.25 μg/mL、芍药苷94.54 μg/mL、丹酚酸B 208.8 μg/mL、丹皮酚43.20 μg/mL、丹参酮II<sub>A</sub>289.1 μg/mL的混合对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液 精密称取肝康复粉末(过30目筛)约1.0 g,置于100 mL具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇50 mL后称质量,超声(功率300 W,频率40 kHz)30 min,放冷,再称质量,用70%甲醇溶液补足减失质量后,于12 000 r/min离心5 min,过滤,取续滤液即得供试品溶液。

2.2.4 阴性对照溶液 参照肝康复制备工艺和配方比例,分别制备缺白芍、丹皮阴性样品、缺栀子阴性样品、缺丹参阴性样品,再按“2.2.3”项下方法制成阴性对照

溶液。

### 2.3 系统适用性与专属性试验

分别精密吸取“2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液(批号:170420)、阴性对照溶液各10 μL,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱。结果显示,该色谱条件下没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚、丹参酮II<sub>A</sub>的色谱峰的峰形均较好,均能达到基线分离(分离度均大于1.5),拖尾因子在0.95~1.05之间,理论板数按栀子苷峰计不低于5 000。色谱图见图1。

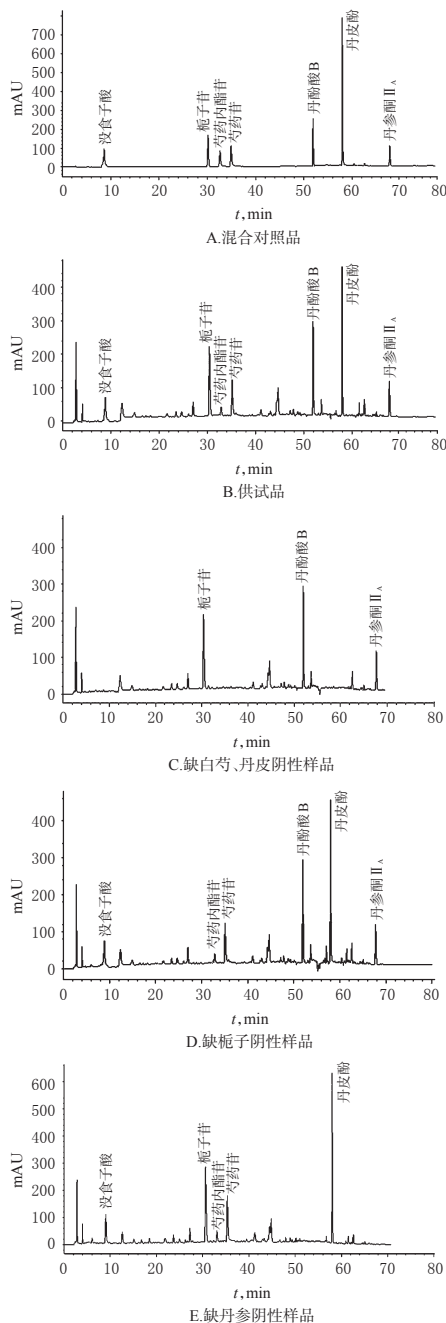


图1 高效液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms

### 2.4 线性关系考察

精密吸取“2.2.2”项下混合对照品溶液0.4、0.5、1、2、

3、4、5 mL,分别置于5 mL量瓶中,加70%甲醇稀释、定容至刻度,摇匀,即得上述线性混合对照品溶液。精密吸取上述溶液各10 μL,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,以对照品的质量浓度为横坐标(x),峰面积为纵坐标(y),进行线性回归分析。回归方程、相关系数(r)与线性范围见表1。

表1 回归方程、相关系数与线性范围(n=6)

Tab 1 Correlation coefficients, regression equations and linear ranges(n=6)

成分	回归方程	r	线性范围, μg/mL
没食子酸	$y=47.404x-28.622$	0.999 5	4.09~51.17
栀子苷	$y=27.624x+50.16$	0.999 1	8.35~104.35
芍药内酯苷	$y=1.112x-15.843$	0.999 9	7.78~97.25
芍药苷	$y=25.678x+3.168.3$	0.999 3	7.56~94.54
丹酚酸B	$y=14.690x+374.59$	0.999 5	16.70~208.80
丹皮酚	$y=153.491x+1.508.2$	0.999 7	3.46~43.20
丹参酮II <sub>A</sub>	$y=5.887.5x-3.379.4$	0.999 9	23.13~289.10

### 2.5 检测限与定量限考察

取“2.2.2”项下混合对照品溶液,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3:1时得检测限;当信噪比为10:1得定量限。结果显示,没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮II<sub>A</sub>的检测限分别为0.09、0.15、0.13、0.12、0.16、0.04、0.24 μg/mL,定量限分别为0.26、0.52、0.48、0.47、0.88、0.18、0.98 μg/mL。

### 2.6 精密度试验

精密吸取“2.2.2”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。结果显示,没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮II<sub>A</sub>峰面积的RSD分别为0.94%、0.63%、0.74%、1.00%、0.89%、0.52%和0.90%(n=6)。

### 2.7 稳定性试验

精密吸取同一批供试品溶液(批号:170420),在室温下放置0、4、8、12、24、48 h后,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果显示,没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮II<sub>A</sub>峰面积的RSD分别为0.54%、0.72%、0.82%、0.62%、0.51%、0.40%和0.96%(n=6),表明供试品溶液在室温下48 h内稳定性良好。

### 2.8 重复性试验

取同一批肝康复(批号:170420)6份,分别按“2.2.3”项下方法制备成供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算含量。结果显示,没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮II<sub>A</sub>的平均含量分别为0.156 7、0.477 4、0.228 8、0.456 4、0.936 9、0.101 2、1.349 3 mg/g, RSD分别为0.99%、0.47%、0.80%、0.86%、0.49%、0.48%和0.45%(n=6),表明该方法重复性较好。

### 2.9 准确度试验

精密称取0.5 g已知含量(没食子酸0.156 7 mg/g、栀子苷0.477 4 mg/g、芍药内酯苷0.228 8 mg/g、芍药苷0.456 4 mg/g、丹酚酸B 0.936 9 mg/g、丹皮酚0.101 2 mg/g、丹参酮Ⅱ<sub>A</sub> 1.349 3 mg/g)的肝康复(批号:170420)6份,分别精密加入各对照品贮备液(没食子酸0.04 mL、栀子苷0.6 mL、芍药内酯苷0.15 mL、芍药苷0.18 mL、丹酚酸B 0.3 mL、丹皮酚0.7 mL和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub> 0.9 mL),按“2.2.3”项下方法制成供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算回收率,结果见表2。

表2 准确度试验结果(n=6)

Tab 2 Results of accuracy tests(n=6)

成分	原有量,mg	加入量,mg	测得量,mg	回收率,%		
				计算值	平均值	RSD
没食子酸	0.086 3	0.085 28	0.165 0	92.27	91.83	0.93
	0.078 4	0.085 28	0.156 4	91.48		
	0.081 3	0.085 28	0.158 3	90.24		
	0.078 4	0.085 28	0.157 1	92.37		
	0.081 0	0.085 28	0.159 7	92.21		
	0.078 4	0.085 28	0.157 2	92.40		
栀子苷	0.263 0	0.260 9	0.513 7	96.06	96.11	0.42
	0.238 7	0.260 9	0.489 9	96.29		
	0.247 8	0.260 9	0.497 7	95.81		
	0.238 7	0.260 9	0.489 2	96.03		
	0.246 8	0.260 9	0.499 4	96.80		
	0.238 9	0.260 9	0.488 5	95.66		
芍药内酯苷	0.126 1	0.121 6	0.243 9	96.93	96.83	0.83
	0.114 4	0.121 6	0.233 5	97.94		
	0.118 7	0.121 6	0.237 3	97.50		
	0.114 4	0.121 6	0.231 1	96.01		
	0.118 3	0.121 6	0.235 8	96.71		
	0.114 5	0.121 6	0.231 1	95.92		
芍药苷	0.251 5	0.236 3	0.477 0	95.44	95.82	0.35
	0.228 2	0.236 3	0.454 2	95.63		
	0.236 9	0.236 3	0.464 8	96.42		
	0.228 2	0.236 3	0.454 8	95.89		
	0.236 0	0.236 3	0.462 2	95.74		
	0.228 4	0.236 3	0.454 8	95.80		
丹酚酸B	0.516 2	0.522 0	1.026 0	97.66	96.93	0.74
	0.468 5	0.522 0	0.968 8	95.84		
	0.486 3	0.522 0	0.996 1	97.66		
	0.468 5	0.522 0	0.975 3	97.10		
	0.484 4	0.522 0	0.987 5	96.39		
	0.468 9	0.522 0	0.975 0	96.94		
丹皮酚	0.055 76	0.050 40	0.103 5	94.75	93.95	0.63
	0.050 61	0.050 40	0.097 7	93.41		
	0.052 52	0.050 40	0.099 7	93.62		
	0.050 60	0.050 40	0.098 2	94.46		
	0.052 32	0.050 40	0.099 3	93.31		
	0.050 65	0.050 40	0.098 1	94.17		
丹参酮Ⅱ <sub>A</sub>	0.743 5	0.722 7	1.432 2	95.30	94.79	0.62
	0.674 8	0.722 7	1.355 7	94.22		
	0.700 3	0.722 7	1.382 9	94.45		
	0.674 7	0.722 7	1.361 7	95.06		
	0.697 6	0.722 7	1.388 0	95.53		
	0.675 3	0.722 7	1.355 7	94.15		

## 2.10 样品含量测定

取3批肝康复各适量,按“2.2.3”项下方法制成供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件分别进样测定,记录峰

面积,计算没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>的含量,结果见表3。

表3 样品含量测定结果(mg/g,n=3)

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

批号	没食子酸	栀子苷	芍药内酯苷	芍药苷	丹酚酸B	丹皮酚	丹参酮Ⅱ <sub>A</sub>
151027	0.164 8	0.524 6	0.223 1	0.452 1	0.981 1	0.113 6	1.261 4
160323	0.153 9	0.489 1	0.240 3	0.461 0	0.929 9	0.104 0	1.177 7
171222	0.156 6	0.476 0	0.227 6	0.456 1	0.936 6	0.101 0	1.347 9

## 3 讨论

### 3.1 流动相选择

在文献[2-8]基础上进一步优化色谱条件,分别考察了不同有机流动相(甲醇和乙腈)对结果的影响,结果显示,甲醇作为有机流动相,样品组分分离不充分,尤其是没食子酸与样品其他组分不能分离,干扰较大,所以选择乙腈为有机流动相。选择水相时,首先考虑了纯水、磷酸、磷酸盐缓冲液,结果显示,0.1%磷酸溶液可显著提高各组分峰形对称性及分离度,经大量试验确定本文的最优流动相、梯度洗脱方案。

### 3.2 检测波长选择

笔者前期试验采用DAD在200~400 nm范围内对没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub> 7个成分进行光谱扫描,结果显示,其最大吸收波长分别为215/260、238、230、230、203/286、212/274、224/270 nm。考虑样品溶剂含有甲醇,甲醇在215、203、212、224 nm波长处有部分紫外吸收会带来定量误差,所以没有选择215、203、212、224 nm作为紫外检测波长。再则笔者发现没食子酸在260 nm波长处样品基线不稳且色谱峰形对称性不好,故参考文献[9]选择了267 nm波长作为没食子酸的紫外检测波长,以满足定量分析要求。栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷分别在238、230、230 nm波长处各有最大吸收,但因这3个成分保留时间相差太近,波长切换太频繁,故选择235 nm波长作为这3个成分的紫外检测波长,且此波长对3个成分的含量测定无影响。其余3个成分丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>的紫外检测波长分别为286、274、270 nm。考虑到7个成分的紫外吸收波长相差过大,故本试验采用梯度洗脱波长切换实现7个成分的含量同时测定。

### 3.3 样品提取条件选择

样品处理首先参考了2015年版《中国药典》的处理方法<sup>[10]</sup>,但此制剂中丹皮酚含量浓度特别少,丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>成分含量较高,不能满足定量分析要求。本试验用水、30%甲醇、50%甲醇、70%甲醇、100%甲醇、50%乙醇、70%乙醇和中性乙醇作为提取溶剂,结果发现,用70%甲醇溶液提取效率高。同时考察提取方式(超声和加热回流),结果发现,超声提取与回流提取效率没有显著差别,其中超声提取较简便、快捷。另外对比了超声时间15、30、40 min及提取溶剂用量,最终选择超声提取样品

# 低温配制工艺对虎杖膏中总二苯乙烯和总蒽醌含量的影响<sup>Δ</sup>

王玉和<sup>1\*</sup>,赵萍<sup>2</sup>,陈婷婷<sup>3</sup>,孟翠<sup>1</sup>,欧水平<sup>1</sup>,黄珺<sup>1</sup>,王森<sup>3#</sup>(1.遵义医学院附属医院药剂科,贵州遵义 563003;2.铜仁市人民医院药剂科,贵州铜仁 554300;3.遵义医学院药学院,贵州遵义 563003)

中图分类号 R917;R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)21-2911-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.21.08

**摘要** 目的:了解低温配制工艺对虎杖膏中总二苯乙烯和总蒽醌含量的影响。方法:采用将虎杖粉加入80℃麻油中的低温配制工艺制备虎杖膏;以虎杖苷为对照品,采用一阶导数光谱法在343 nm和345 nm波长处测定虎杖膏中总二苯乙烯的含量;以大黄素为对照品,采用分光光度法在437 nm波长处测定虎杖膏中总蒽醌的含量。计算虎杖膏制备过程中总二苯乙烯和总蒽醌的转移率。结果:虎杖苷、大黄素检测质量浓度线性范围分别为4.24~14.84 μg/mL( $r=0.9999$ )和3.96~13.86 μg/mL( $r=0.9995$ );精密度、稳定性(6 h)、重复性试验的RSD均<3%( $n=6$ 或 $n=7$ );平均回收率分别为99.43%、98.70%,RSD分别为0.94%、0.91%( $n=6$ );测得3批虎杖粉及制得的虎杖膏所含虎杖粉中总二苯乙烯(以虎杖苷计)的平均含量分别为(29.444±0.445)、(29.518±0.437)、(28.323±0.609)和(26.558±0.227)、(28.045±0.303)、(25.290±0.781) mg/g,总蒽醌(以大黄素计)的平均含量分别为(20.557±0.257)、(19.520±0.292)、(18.795±0.444)和(18.438±0.240)、(18.621±0.017)、(16.808±0.076) mg/g,3批虎杖加入80℃麻油调配成软膏后,总二苯乙烯和总蒽醌转移率分别为(90.22±2.13)%、(95.01±0.38)%、(89.28±0.84)%和(89.71±2.29)%、(95.41±1.52)%、(89.46±2.52)%。结论:采用较低油温(80℃)中加入虎杖粉进行调配虎杖膏,总二苯乙烯和总蒽醌的转移率均在89%以上,表明该低温配制工艺能较好地避免热敏性成分受到破坏,具有合理性。

**关键词** 虎杖膏;麻油;低温配制;转移率;分光光度法;一阶导数光谱法;总二苯乙烯;总蒽醌;虎杖苷;大黄素

粉末1.0 g,提取溶剂70%甲醇50 mL超声30 min,作为供试品的提取方法。

当前随着仪器检测手段的不断发展,中药制剂质量标准由单一有效成分向多组分体系发展<sup>[1]</sup>。本试验建立了同时测定肝康复中没食子酸、栀子苷、芍药内酯苷、芍药苷、丹酚酸B、丹皮酚和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub> 7个成分含量的方法,结果显示,该法具有简便、准确、重现性好、灵敏度高的特点,为肝康复质量控制和质量标准的建立提供了参考方法和依据。

## 参考文献

- [1] 侯玉华,周小琴,丛晓东,等. RP-HPLC法同时测定肝康复中栀子苷、芍药苷的含量[J]. 中国药房,2010,21(43):4092-4094.
- [2] 周军,张蕾,王杰. HPLC-DAD法测定脑血栓片中苦杏仁苷、羟基红花黄色素A、芍药苷、阿魏酸、丹酚酸B和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>[J]. 现代药物与临床,2015,30(3):262-266.
- [3] 施惠垠,童晓东,李松. HPLC-DAD法同时测定慢前康合

剂中芍药苷、丹酚酸B、川续断皂苷Ⅵ、甘草酸的含量[J]. 中医药导报,2017,23(1):66-68.

- [4] 王紫燕,李春沁,穆敏婕,等. HPLC波长切换法同时测定补肾活血方中丹参素、葛根素、大豆苷和丹酚酸B的含量[J]. 药物分析杂志,2016,36(6):1020-1026.
- [5] 孙辉,何胜利. HPLC法测定心无忧片中洋川芎内酯H、洋川芎内酯I、洋川芎内酯A、藁本内酯、丹参素、丹酚酸B和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>[J]. 现代药物与临床,2018,33(3):464-468.
- [6] 杨光义,杜婷,孙荣进,等. HPLC法测定治疣胶囊中丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>和丹酚酸B的含量[J]. 中国药师,2015,18(4):677-688.
- [7] 赵永明,王金,郭春燕. HPLC法同时测定丹芍通脉颗粒中5种活性成分[J]. 中草药,2014,45(19):2793-2796.
- [8] 孙殷,殷玥,刘玉梅,等. 高效液相色谱-二极管阵列检测法同时测定消栓通胶囊中5种活性成分含量[J]. 沈阳药科大学学报,2012,29(9):702-706.
- [9] 李伟铭,赵月然,杨燕云,等. HPLC波长切换法同时测定白芍饮片中9个成分的含量[J]. 药物分析杂志,2011,31(12):2208-2212.
- [10] 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,2015:659.
- [11] 张萍,杨燕,鄢丹,等. 多指标成分含量测定与指纹图谱分析在中药制备工艺与质量控制中的应用[J]. 中华中医药杂志,2010,25(1):120-123.

(收稿日期:2018-06-23 修回日期:2018-08-30)

(编辑:邹丽娟)

Δ基金项目:贵州省科技合作计划项目(No.黔科合字[2015]7481号、黔科合LH字[2015]7548号);贵州省中医药管理局中医药、民族医药科学技术研究课题(No.QZYY-2015-077);遵义市科技计划课题(No.遵市科合社字[2014]96号);遵义市“15851人才精英工程”科研项目(No.市15851人才办[2016]3号);遵义医学院自然科学类招标课题(No.遵医院办发[2014]10号)

\*主任药师,教授,硕士生导师。研究方向:医院药学、临床药学及药物经济学。电话:0851-28608497。E-mail:1149076068@qq.com

#通信作者:教授,硕士生导师,博士。研究方向:中药外用制剂。电话:0851-28642515。E-mail:wangsen912912@126.com