

HPLC-DAD 法同时测定参芪十一味颗粒的 11 种成分

钱钧强¹, 石 芸², 傅 琳³, 孙 蓓¹

1. 天津医科大学肿瘤医院 药学部 国家肿瘤临床医学研究中心 天津市“肿瘤防治”重点实验室 天津市恶性肿瘤临床医学研究中心, 天津 300060
2. 天津市公安医院, 天津 300041
3. 天津药物研究院, 天津 300193

摘要: 目的 建立 HPLC-DAD 法同时测定参芪十一味颗粒 (SSG) 中 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷的方法。方法 采用 RP-HPLC 法, 色谱柱为 Waters XBridge-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5.0 μm); 流动相为甲醇-乙腈-水 (15:80:5) 和乙腈-0.1%磷酸水溶液 (10:90), 梯度洗脱, 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 35 ℃, 进样量 10 μL。结果 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷 11 种成分能够达到很好分离; 其线性范围分别为 0.4~8.0 μg/mL ($r=0.999\ 2$)、0.2~4.0 μg/mL ($r=0.999\ 5$)、0.2~4.0 μg/mL ($r=0.999\ 5$)、0.1~2.0 μg/mL ($r=0.999\ 6$)、0.1~2.0 μg/mL ($r=0.999\ 7$)、0.1~2.0 μg/mL ($r=0.999\ 4$)、0.5~10 μg/mL ($r=0.999\ 2$)、0.6~12 μg/mL ($r=0.999\ 2$)、0.4~8.0 μg/mL ($r=0.999\ 4$)、1.0~20 μg/mL ($r=0.999\ 6$)、0.8~16 μg/mL ($r=0.999\ 3$), 平均加样回收率分别为 98.1%、98.1%、99.1%、98.3%、99.5%、99.9%、98.5%、100.4%、101.6%、99.7%、101.2%, RSD 分别为 0.9%、1.6%、1.6%、1.8%、1.5%、0.6%、0.7%、0.8%、0.4%、0.9%、1.1% ($n=6$)。9 批次供试品中 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷质量浓度分别为 0.081~0.089、0.261~0.269、0.060~0.069、0.038~0.047、0.030~0.037、0.042~0.049、0.420~0.428、0.141~0.151、0.178~0.189、0.107~0.117、0.069~0.078 mg/g, 结果表明本品各批次之间差异较小。结论 本方法操作简便, 测定结果准确可靠, 可用于 SSG 的质量控制。

关键词: 参芪十一味颗粒; 23-乙酰泽泻醇 B; 阿魏酸; 毛蕊花糖苷; 人参皂苷 Rg₁; 人参皂苷 Re; 人参皂苷 Rb₁; 天麻素; 大黄酚; 橙黄决明素; 毛蕊异黄酮葡萄糖苷; 金丝桃苷; HPLC-DAD; 质量控制

中图分类号: R286.02 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2017)07-1344-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2017.07.014

Simultaneous determination of 11 constituents in Shenqi Shiyiwei Granule by HPLC-DAD

QIAN Jun-qiang¹, SHI Yun², FU Lin³, SUN Pei¹

1. Tianjin Key Laboratory of Cancer Prevention and Therapy, Tianjin Clinical Research Center for Cancer, National Clinical Research Center for Cancer, Department of Pharmacy, Tianjin Medical University Cancer Institute and Hospital, Tianjin 300060, China
2. Tianjin Police Hospital, Tianjin 300041, China
3. Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China

Abstract: Objective To establish HPLC-DAD method for the simultaneous determination of 23-acetate alisol B, ferulic acid, verbascoside, ginsenoside Rg₁, ginsenoside Re, ginsenoside Rb₁, gastrodin, chrysophanol, aurantio-obtusin, calycosin 7-O-β-D-glucopyranoside, and hyperoside in Shenqi Shiyiwei Granule (SSG). **Methods** The chromatographic separation was achieved on a Waters XBridge-C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5.0 μm) column with methanol-acetonitrile-water (15:80:5) and methanol-0.1% phosphoric acid (10:90) as mobile phases for gradient elution, at the flow rate of 1.0 mL/min; The column temperature was 35 ℃. **Results** The linear ranges of 23-acetate alisol B, ferulic acid, verbascoside, ginsenoside Rg₁, ginsenoside Re, ginsenoside Rb₁, gastrodin,

收稿日期: 2016-11-13

作者简介: 钱钧强, 男, 研究方向为医院药学。Tel: (022)23340123 E-mail: lvn1314@126.com

chrysophanol, aurantio-obtusin, calycosin 7-*O*- β -*D*-glucopyranoside, and hyperoside were 0.4—8.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 2$), 0.2—4.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 5$), 0.2—4.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 5$), 0.1—2.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 6$), 0.1—2.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 7$), 0.1—2.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 4$), 0.5—10 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 2$), 0.6—12 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 2$), 0.4—8.0 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 4$), 1.0—20 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 6$), and 0.8—16 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 3$). The average recoveries ($n = 6$) were 98.1% (RSD = 0.9%), 98.1% (RSD = 1.6%), 99.1% (RSD = 1.6%), 98.3% (RSD = 1.8%), 99.5% (RSD = 1.5%), 99.9% (RSD = 0.6%), 98.5% (RSD = 0.7%), 100.4 (RSD = 0.8%), 101.6% (RSD = 0.4%), 99.7% (RSD = 0.9%), and 101.2% (RSD = 1.1%), respectively. The contents of nine batches of 23-acetate alisol B, ferulic acid, verbascoside, ginsenoside Rg₁, ginsenoside Re, ginsenoside Rb₁, gastrodin, chrysophanol, aurantio-obtusin, calycosin 7-*O*- β -*D*-glucopyranoside, and hyperoside were 0.081—0.089, 0.261—0.269, 0.060—0.069, 0.038—0.047, 0.030—0.037, 0.042—0.049, 0.420—0.428, 0.141—0.151, 0.178—0.189, 0.107—0.117, and 0.069—0.078 mg/g. The results showed that there was little difference among the batches.

Conclusion The method is accurate, sensitive, credible, and repeatable. It can be applied to the quality control of SSG.

Key words: Shenqi Shiyiwei Granule; 23-acetate alisol B; ferulic acid; verbascoside; ginsenoside Rg₁; ginsenoside Re; ginsenoside Rb₁; gastrodin; chrysophanol; aurantio-obtusin; calycosin 7-*O*- β -*D*-glucopyranoside; hyperoside; HPLC-DAD; quality control

参芪十一味颗粒 (Shenqi Shiyiwei Granule, SSG) 原名为“参芪颗粒”, 由人参 (去芦)、黄芪、当归、天麻、熟地黄、泽泻、决明子、鹿角、菟丝子、细辛、枸杞子十一味中药加工制成, 收载于《中国药典》2015 年版, 具有补脾益气的作用。用于脾气虚所致的体弱、四肢无力^[1-2]。适用于癌症应用放、化疗所致白细胞减少及因放化、疗引起的头晕头昏、倦怠乏力、消瘦、恶心呕吐等症^[3-9]。该中成药中, 君药为人参和黄芪, 人参“回阳气于垂绝, 却虚邪于顷刻”, 大补元气, 益气生津^[10]; 黄芪补气升阳, 益卫固表^[1]。臣药为当归和熟地黄, 当归补血首选之药, 益气生血, 治血虚头痛; 熟地黄滋阴、补血, 治阴虚血少, 腰膝酸软、消渴。佐药为泽泻、决明子、鹿角、菟丝子、枸杞子、天麻, 补肝益肾、共治肝肾阴虚所致虚劳内伤、腰膝酸软。细辛为使药, 调和诸药。全方共奏补气养血, 填精生髓之功效。

目前, 《中国药典》2015 年版一部中以大黄酚、橙黄决明素、天麻素作为定量测定的指标成分^[1]。由于该中成药由 11 味中药组成, 多指标的定量测定方法虽然成本较高, 但是更有利于客观评价该药的质量^[11-17]。本实验采用梯度洗脱法与分段变波长检测法, 首次建立了 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷 11 种指标成分同时测定的 RP-HPLC 方法, 结果表明, 该方法简便、快速、灵敏度高, 为该药的质量控制提供了依据。

1 仪器与试药

Waters e2695 高效液相色谱仪, 包括 2998 二极管阵列检测器, Empower 3 化学工作站等, 美国 Waters 公司; XS204DR 型电子天平, 瑞士梅特勒-

托利多公司。

对照品 23-乙酰泽泻醇 B (批号 111846-201504, 质量分数 99.0%)、阿魏酸 (批号 110773-201614, 质量分数 99.0%)、毛蕊花糖苷 (批号 111530-201512, 质量分数 96.7%)、人参皂苷 Rg₁ (批号 110703-201530, 质量分数 91.7%)、人参皂苷 Re (批号 110754-201525, 质量分数 92.3%)、人参皂苷 Rb₁ (批号 110704-201424, 质量分数 93.7%)、天麻素 (批号 110807-201608, 质量分数 97.6%)、大黄酚 (批号 110796-201520, 质量分数 99.2%)、橙黄决明素 (批号 111900-201504, 质量分数 97.5%)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷 (批号 111920-201505, 质量分数 97.1%)、金丝桃苷 (批号 111521-201507, 质量分数 94.3%), 中国食品药品检定研究院提供; 乙腈, 甲醇为色谱纯, 其他试剂为分析纯。人参 *Ginseng Radix et Rhizoma* (GRR)、黄芪 *Astragali Radix*、当归 *Angelicae Sinensis Radix* (ASR)、熟地黄 *Rehmanniae Radix Praeparata* (RRP)、天麻 *Gastrodiae Rhizoma* (GR)、泽泻 *Alismatis Rhizoma*、决明子 *Cassiae Semen*、鹿角 *Cervi Cornu* (CC)、菟丝子 *Cuscuta Semen*、细辛 *Asari Radix et Rhizoma* (ARR)、枸杞子 *Lycii Fructus* (LF) 均购自天津医科大学肿瘤医院药剂科, 经天津医科大学王金生副教授鉴定均为正品, 其基原植物人参为五加科人参属植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根茎, 黄芪为豆科黄芪属植物黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge. 的干燥根茎, 当归为伞形科当归属植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥根茎, 熟地黄为玄参科地黄属植物当归 *Rehmannia glutinosa* (Gaertn.) Libosch. ex Fisch. et Mey. 的干燥根茎, 天麻为兰科天麻属植物天麻

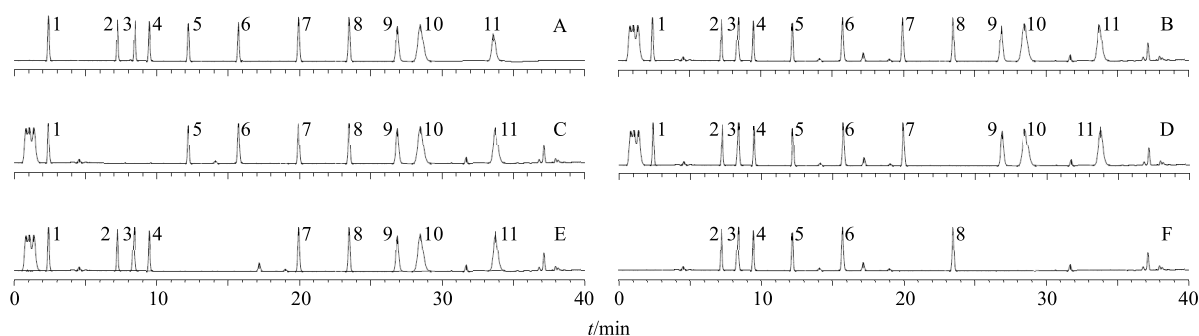
Gastrodia elata Bl. 的干燥根茎, 泽泻为泽泻科泽泻属植物泽泻 *Alisma plantago-aquatica* Linn. 的干燥根茎, 决明子为豆科决明属植物决明 *Cassia tora* Linn. 的干燥成熟种子, 鹿角为鹿科动物马鹿 *Cervus elaphus* Linnaeus 已骨化的角, 菟丝子为菟丝子科菟丝子属植物菟丝子 *Cuscuta chinensis* Lam. 的干燥成熟种子, 细辛为马兜铃科细辛属植物细辛 *Asarum sieboldii* Miq. 的干燥全草, 枸杞子为茄科枸杞属植物宁夏枸杞 *Lycium barbarum* L. 的干燥成熟果实。

9 批 SSG, 批号 160504、160505、160506、160808、160809、160810、160901、160902、160903, 江西山高制药有限公司。

2 方法与结果

2.1 色谱条件及系统适应性试验

色谱柱 Waters XBridge-C₁₈ 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 柱温 35 °C; 流动相 A 为甲醇-乙腈-水 (15:80:5), B 为乙腈-0.1%磷酸水溶液 (10:90), 体积流量 1.0 mL/min; 梯度洗脱: 0~5 min, 10% B; 5~35 min, 10%~90% B; 35~40 min, 15% B; 体积流量为 1.0 mL/min; 分段变波长测定: 0~5.0 min 为 220 nm, 5.0~11.0 min 为 203 nm, 11.0~14.0 min 为 316 nm, 14.0~17.0 min 为 334 nm, 17.0~22.0 min 为 360 nm, 22.0~25.0 min 为 260 nm, 25.0~30.0 min 为 284 nm, 30.0~35.0 min 为 208 nm。进样量为 10 μL。色谱图见图 1。



1-天麻素 2-人参皂苷 R_{g1} 3-人参皂苷 Re 4-人参皂苷 Rb₁ 5-阿魏酸 6-毛蕊花糖苷 7-金丝桃苷 8-毛蕊异黄酮葡萄糖苷 9-大黄酚 10-橙黄决明素 11-23-乙酰泽泻醇 B

1-gastrodin 2-ginsenoside R_{g1} 3-ginsenoside Re 4-ginsenoside Rb₁ 5-ferulic acid 6-verbascoside 7-hyperoside 8-calycosin 7-O-β-D-glucopyranoside 9-chrysophanol 10-aurantio-obtusin 11-23-acetate alisol B

图 1 混合对照品 (A)、供试品 (B) 及 缺少人参 (C)、缺少黄芪 (D)、缺少当归和熟地黄 (E)、缺少天麻、泽泻、决明子、鹿角、菟丝子、细辛、枸杞子 (F) 的阴性对照溶液的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC of mixed reference substances (A), sample (B), and negative control without GRR (C), without *Astragali Radix* (D), without ASR and RRP (E), and without GR, *Alismatis Rhizoma*, *Cassiae Semen*, CC, *Cuscuta Semen*, ARR, and LF (F)

2.2 对照品溶液制备

称取 3-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷适量, 精密称定, 分别置 25 mL 量瓶中, 加甲醇-水 (1:1) 溶解并稀释至刻度, 得各对照品储备液, 备用。再精密吸取各对照品储备液适量置 10 mL 量瓶中, 甲醇-水 (1:1) 稀释至刻度, 得含 3-乙酰泽泻醇 B 20 μg/mL、阿魏酸 10 μg/mL、毛蕊花糖苷 10 μg/mL、人参皂苷 R_{g1} 5 μg/mL、人参皂苷 Re 5 μg/mL、人参皂苷 Rb₁ 5 μg/mL、天麻素 25 μg/mL、大黄酚 30 μg/mL、橙黄决明素 20 μg/mL、毛蕊异黄酮葡萄糖苷 50 μg/mL 和金丝桃苷 40

μg/mL 的混合对照品溶液, 备用。

2.3 供试品溶液制备

取装量差异项下的本品, 研细, 取约 2 g, 精密称定, 加稀盐酸 30 mL、三氯甲烷 30 mL, 加热回流 1 h, 冷却, 移置分液漏斗中, 用少量三氯甲烷洗涤容器, 并入分液漏斗中, 分取三氯甲烷层, 酸液用三氯甲烷振摇提取 3 次, 每次 20 mL, 合并三氯甲烷提取液, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性对照溶液制备

按 SSG 处方比例和工艺, 分别制备缺少人参药材的阴性对照样品; 缺少黄芪药材的阴性对照样品;

缺少当归和熟地黄药材的阴性对照样品;缺少天麻、泽泻、决明子、鹿角、菟丝子、细辛、枸杞子药材的阴性对照样品;并按“2.3”项下方法制备各阴性对照溶液。

2.5 线性关系考察

精密吸取按“2.2”项下方法制备的混合对照品储备液 1.0、2.5、5.0、7.5、10.0、15.0、17.5、20.0 mL, 分别置 50 mL 量瓶中, 以 50%甲醇定容, 摇匀, 即得系列质量浓度的混合对照品溶液。分别吸取上述系列混合对照品溶液各 10 μ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。以峰面积积分值 (Y) 对质量浓度 (X) 进行线性回归, 得回归方程, 见表 1。

表 1 11 种成分的线性回归方程

Table 1 Linear regression equations of 11 components

成分	回归方程	线性范围/ (μ g $\cdot$ mL $^{-1}$)	r
3-乙酰泽泻醇 B	$Y=562.2 X+53.92$	0.4~8.0	0.999 2
阿魏酸	$Y=11.57 X+44.61$	0.2~4.0	0.999 1
毛蕊花糖苷	$Y=43.62 X+6.893$	0.2~4.0	0.999 5
人参皂苷 R _{g1}	$Y=6.921 X+83.44$	0.1~2.0	0.999 6
人参皂苷 Re	$Y=3\ 267.1 X+834.2$	0.1~2.0	0.999 7
人参皂苷 R _{b1}	$Y=5.321 X+48.92$	0.1~2.0	0.999 4
天麻素	$Y=832.1 X+3.953$	0.5~10	0.999 2
大黄酚	$Y=83.24 X+7.832$	0.6~12	0.999 2
橙黄决明素	$Y=2.666 X+0.687$	0.4~8.0	0.999 4
毛蕊异黄酮葡萄糖苷	$Y=88.35 X+54.92$	1.0~20	0.999 6
金丝桃苷	$Y=123.72 X+4.723$	0.8~16	0.999 3

2.6 精密度试验

精密吸取同一对照品溶液 10 μ L, 重复进样 6 次, 记录峰面积。结果显示, 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1}、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷的峰面积 RSD 值分别为 0.8%、1.5%、1.7%、1.8%、1.9%、1.1%、1.1%、0.7%、1.2%、0.8%、0.4%, 表明仪器精密度良好。

2.7 重复性试验

取同一批 SSG (批号 160504) 6 份, 按“2.3”项下方法平行制备 6 份供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件测定, 结果显示, 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1}、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷的平均质量分数分别为

0.088、0.264、0.065、0.043、0.037、0.047、0.425、0.149、0.186、0.111、0.073 mg/g, RSD 分别为 1.6%、1.8%、1.6%、1.4%、1.2%、0.9%、0.7%、1.1%、1.3%、0.9%、0.3%, 表明方法的重复性良好。

2.8 稳定性试验

精密吸取同一供试品溶液 (批号 160504) 各 10 μ L, 按“2.1”项下色谱条件分别于 0、2、4、6、8、12、18、24 h 进样测定, 结果显示 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1}、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷的平均质量分数分别为 0.088、0.264、0.065、0.043、0.037、0.047、0.425、0.149、0.186、0.111、0.073 mg/g, RSD 分别为 0.7%、0.5%、1.6%、1.9%、1.7%、0.7%、1.0%、1.3%、0.9%、0.9%、1.2%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 加样回收率试验

取同一批号样品 (批号为 160504) 9 份, 每份约 1.0 g, 精密称定, 分成 3 组, 分别按已知质量分数的 50%、100%、150% 3 个水平加入混合对照品溶液, 按“2.3”项下方法制备, 依法测定, 计算回收率。23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1}、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷的平均回收率分别为 98.1%、98.1%、99.1%、98.3%、99.5%、99.9%、98.5%、100.4%、101.6%、99.7%、101.2%, RSD 分别为 0.9%、1.6%、1.6%、1.8%、1.5%、0.6%、0.7%、0.8%、0.4%、0.9%、1.1%。

2.10 样品测定

取收集到的 9 批样品, 按“2.3”项下方法制备供试品溶液, 每批 3 份, 依法测定, 用外标法计算样品中 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1}、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷的量, 结果见表 2。9 批次供试品中 23-乙酰泽泻醇 B、阿魏酸、毛蕊花糖苷、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1}、天麻素、大黄酚、橙黄决明素、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和金丝桃苷质量分数分别为 0.080~0.089 mg/g、0.261~0.269 mg/g、0.060~0.069 mg/g、0.038~0.047 mg/g、0.030~0.037 mg/g、0.042~0.049 mg/g、0.420~0.428 mg/g、0.141~0.151 mg/g、0.178~0.189 mg/g、0.107~0.117 mg/g、0.069~0.078 mg/g。

表 2 样品测定结果 ($n=3$)
Table 2 Determination results of samples ($n=3$)

批号	质量分数/(mg·g ⁻¹)										
	23-乙酰泽泻醇 B	阿魏酸	毛蕊花糖苷	人参皂苷 R _{g1}	人参皂苷 Re	人参皂苷 R _{b1}	天麻素	大黄酚	橙黄决明素	毛蕊异黄酮葡萄糖苷	金丝桃苷
160504	0.088	0.264	0.065	0.043	0.037	0.047	0.425	0.149	0.186	0.111	0.073
160505	0.080	0.261	0.061	0.038	0.032	0.049	0.428	0.141	0.188	0.107	0.069
160506	0.083	0.269	0.060	0.039	0.031	0.049	0.427	0.144	0.185	0.109	0.071
160808	0.087	0.268	0.061	0.040	0.037	0.048	0.421	0.143	0.189	0.115	0.077
160809	0.089	0.268	0.069	0.044	0.033	0.042	0.420	0.147	0.178	0.113	0.074
160810	0.081	0.262	0.064	0.045	0.036	0.045	0.424	0.144	0.184	0.117	0.075
160901	0.081	0.261	0.065	0.041	0.030	0.044	0.423	0.148	0.183	0.116	0.078
160902	0.086	0.263	0.066	0.047	0.032	0.048	0.427	0.150	0.188	0.113	0.076
160903	0.085	0.265	0.066	0.046	0.031	0.045	0.421	0.151	0.182	0.114	0.071

3 讨论

3.1 波长选择

根据《中国药典》2015 年版一部, 泽泻中 23-乙酰泽泻醇 B 的检测波长为 208 nm, 当归中的阿魏酸的检测波长为 316 nm, 熟地黄中的毛蕊花糖苷的检测波长为 334 nm, 人参中的人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b1} 在 203 nm 波长处有最大吸收, 天麻中的天麻素在 220 nm 波长处有最大吸收, 决明子中的大黄酚和橙黄决明素在 284 nm 波长处有最大吸收, 黄芪中的毛蕊异黄酮葡萄糖苷在 260 nm 波长处有最大吸收, 菟丝子中的金丝桃苷在 360 nm 波长处有最大吸收。采用分段变波长检测法对 11 种化学成分进行测定。

3.2 流动相选择

本实验考察对比了磷酸盐体系、乙酸铵体系、水溶液、磷酸体系, 优选磷酸体系; 进一步对磷酸浓度进行了考察, 最终确定磷酸浓度为 0.1%; 同时根据出峰的时间、不同成分的分度度、样品中干扰峰, 对梯度方法进行了筛选, 最终确定了“2.1”项下色谱条件。

3.3 色谱柱选择

考察了不同的色谱柱, 不同品牌, 不同类型填料, 包括苯基柱、C₈ 柱、C₁₈ 柱等, 结果证明 C₁₈ 柱更有利于各个成分的分离, 进一步优选色谱柱为 Waters XBridge-C₁₈ 柱。

本实验建立的 HPLC 同时测定 SSG 中 11 种成分的方法, 测定的指标成分多, 色谱峰分离度好, 空白无干扰, 各项方法学验证都符合要求, 结果准

确, 通过对 9 批样品的测定, 11 种成分的批间差异比较小, 可用于 SSG 的质量控制。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
- [2] 晏 亮, 龚千峰, 陈伟康. 高效液相色谱法测定参芪十一味颗粒中橙黄决明素和大黄酚的含量 [J]. 海峡药学, 2014, 26(11): 58-60.
- [3] 田锋奇, 胡 伟. 参芪十一味颗粒对直肠癌术后 FOLFOX-4 方案辅助化疗的临床观察 [J]. 中国医药指南, 2014, 12(30): 40-41.
- [4] 袁慕荣, 王汝上, 蔡丽云, 等. 参芪十一味颗粒对胃癌放疗大鼠免疫功能及不良反应的影响 [J]. 今日药学, 2014, 24(7): 484-488.
- [5] 宋春鸽, 陈精予. 参芪十一味颗粒对急性白血病患者骨髓抑制及生活质量的影响 [J]. 中医学报, 2010, 25(4): 618-620.
- [6] 陈小勇. 参芪十一味颗粒对慢性丙型肝炎标准治疗中血细胞降低的影响 [J]. 西部中医药, 2014, 27(9): 16-18.
- [7] 高玉伟, 尹立杰, 丁田贵, 等. 参芪十一味颗粒辅助放疗治疗老年非小细胞肺癌的临床观察 [J]. 中国肿瘤临床与康复, 2012, 19(5): 397-399.
- [8] 褚 亮, 袁 媛, 袁 彬. 参芪十一味颗粒联合 EOX 方案化疗治疗晚期胃癌 27 例 [J]. 辽宁中医杂志, 2014, 41(8): 1693-1695.
- [9] 曾令启. 参芪十一味颗粒用于膀胱癌术后治疗的临床观察 [J]. 临床和实验医学杂志, 2010, 9(12): 948.
- [10] 王 巍, 苏光悦, 胡婉琦, 等. 近 10 年人参皂苷对心血管疾病的药理作用研究进展 [J]. 中草药, 2016, 47(20): 3736-3741.

- [11] 吴 尚, 符李达, 杨 帆. 参芪十一味颗粒与放疗治疗鼻咽癌 76 例 [J]. 中国中医药现代远程教育, 2010, 8(24): 42-43.
- [12] 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.
- [13] 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_A [J]. 现代药物与临床, 2015, 30(3): 262-266.
- [14] 陈 帅, 王 磊, 高 双, 等. HPLC-DAD 法同时测定加味逍遥丸中 8 种成分 [J]. 中草药, 2016, 47(21): 3829-3833.
- [15] 张依倩, 王 玉, 黄芝娟, 等. 基于 HPLC-DAD-MS 的道地产区大黄药材质量评价研究 [J]. 药物评价研究, 2011, 34(3): 179-183.
- [16] 任媛媛, 王 晨. RP-HPLC 法同时测定九味羌活口服液 13 种成分 [J]. 中草药, 2016, 47(21): 3824-3828.
- [17] Li L, Yang J S. Analysis on chemical constituents of Chinese materia medica formulation Sini Decoction by HPLC-DAD-MS/MS [J]. *Chin Herb Med*, 2015, 7(1): 62-68.