

引用:李晴红,王娟,张晓平,计飞,杨兴波,张文平.一测多评法同时测定无敌丹胶囊中7种成分的含量[J].中医导报,2025,31(4):83-88.

一测多评法同时测定无敌丹胶囊中7种成分的含量*

李晴红¹,王娟²,张晓平³,计飞¹,杨兴波¹,张文平¹

(1.云南中医药大学中药学院,云南 昆明 650500;

2.云南无敌制药有限公司技术中心,云南 昆明 650216;

3.山东中医药大学药学院,山东 青岛 250355)

[摘要] 目的:建立一测多评法同时测定无敌丹胶囊中松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷R₁、人参皂苷Rg₁、人参皂苷Rb₁、川续断皂苷VI及补骨脂素的含量。方法:采用WondaSil C₁₈ Superb色谱柱(250.0 mm×4.6 mm,5.0 μm),以乙腈-0.05%磷酸水为流动相,梯度洗脱;流速为1.0 mL/min;柱温为30℃;检测波长为203 nm。以毛蕊异黄酮葡萄糖苷为内参物,计算其他6种成分的相对校正因子,测定其含量。结果:7种成分在各自范围内呈现良好的线性关系($r \geq 0.9991$),平均加样回收率为98.84%~101.33%($RSD < 3\%$),一测多评法与外标法的含量测定结果无明显的差异($RSD < 2\%$)。结论:建立的方法准确可靠,可用于同时测定无敌丹胶囊中松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷R₁、人参皂苷Rg₁、川续断皂苷VI、人参皂苷Rb₁及补骨脂素的含量。

[关键词] 无敌丹胶囊;一测多评法;毛蕊异黄酮葡萄糖苷;质量控制;含量测定

[中图分类号] K284.1;K286.0 [文献标识码] A [文章编号] 1672-951X(2025)04-0083-06

DOI:10.13862/j.cn43-1446/r.2025.04.014

Simultaneous Determination of Seven Components in Wudidan Capsules (无敌丹胶囊) by QAMS

LI Qinghong¹, WANG Juan², ZHANG Xiaoping³, JI Fei¹, YANG Xingbo¹, ZHANG Wenping¹

(1.College of Traditional Chinese Medicine, Yunnan University of Chinese Medicine, Kunming Yunnan 650500, China; 2.Technology Center of Yunnan Wudi Limited Liability Company, Kunming Yunnan 650216, China; 3.School of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Qingdao Shandong 250355, China)

[Abstract] Objective: To establish a quantitative analysis method of multi-components by single marker (QAMS) for simultaneous determination of pinoresinol diglucoside, calycosin glucoside, notoginsenoside R₁, ginsenoside Rg₁, ginsenoside Rb₁, asperosaponin VI, and psoralen in Wudidan capsules. Methods: Using octadecylsilane bonded silica gel as a filler, use a WondaSil C₁₈ Superb chromatography column (250.0 mm×4.6 mm, 5 μm), using acetonitrile-0.05% phosphoric acid water as the mobile phase, gradient elution; volume flow rate of 1.0 mL/min; column temperature of 30℃; detection wavelength of 203 nm. Calculate the relative correction factors of the other six components using the flavonoid glucoside from Fructus Mori as the internal standard, and determine their content. Results: The seven components showed good linear relationships within their respective ranges ($r \geq 0.9991$), with an average recovery rate of 98.84% to 101.33% ($RSD < 3\%$). There was no significant difference in the content determination results between the one test multiple evaluation method and the external standard method ($RSD < 2\%$). Conclusion: The established method was accurate and reliable and could be applied for the simultaneous determination of pinoresinol diglucoside, calycosin glucoside, notoginsenoside R₁, ginsenoside Rg₁, asperosaponin VI, ginsenoside Rb₁, and psoralen in Wudidan capsules.

[Keywords] Wudidan capsules; QAMS; calycosin glucoside; quality control; content determination

*基金项目:云南省横向课题(20201120001)

通信作者:张文平,女,副教授,研究方向为药事管理、中药制剂、中药质量标准提升、中药活性物质研究及产品开发

无敌丹胶囊主要由黄芪、三七、苏木、血竭、当归及杜仲等中药组成,是临床应用多年的经验方^[1-2],具有补肾健骨、活血化瘀等功效^[3-5],但尚缺乏质量控制方法。中药复方制剂成分复杂多样,其药效的发挥是制剂中多种化学成分相互作用的结果,单指标无法全面反映中药制剂整体质量情况^[6]。多指标质量分析手段存在对照品多、价格昂贵等问题^[7]。因此,建立一种经济、高效且全面的质量控制方法对无敌丹胶囊进行多指标成分分析显得尤为重要。

一测多评法可根据中药成分内在函数关系和比例关系,选取一种容易制备、质量稳定、价格较低的对照品作为内参物,构建内参物与其他成分之间的相对校正因子,在明确内标与其他成分之间相对校正因子的前提下,通过测定前者含量来得到后者含量^[8-9]。一测多评法具有高效、便捷的优点^[10-13],可有效降低检验成本,解决部分对照品不稳定等问题,为复方中多种化学成分同时测定提供支持。因此,本研究采用一测多评法以毛蕊异黄酮葡萄糖苷作为内部参考物,测定无敌丹胶囊中松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷R₁、人参皂苷R_{g₁}、人参皂苷R_{b₁}、川续断皂苷VI及补骨脂素含量,以期科学评价无敌丹胶囊质量提供参考。

1 材 料

1.1 主要仪器 Waters e2695 Alliance高效液相色谱仪(美国Waters公司);超声波清洗器(深圳品凰科技有限公司);DK-S14电热恒温水浴锅(中仪国科科技有限公司);FA2104电子分析天平(上海舜宇恒平科学仪器有限公司);Milli-Q Reference型超纯水机(默克密理博公司)。

1.2 试剂与药物 松脂醇二葡萄糖苷(批号:C19M11S109808,纯度≥98%)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷(批号:Y27F9H54731,纯度≥98%)、三七皂苷R₁(批号:M29GB150096,纯度≥98%)、人参皂苷R_{g₁}(批号:C27N11Q132589,纯度≥98%)、川续断皂苷VI(批号:Z19J11L108584,纯度≥98%)、人参皂苷R_{b₁}(批号:G01O11Y126429,纯度≥98%)及补骨脂素(批号:C22A9Q68562,纯度≥98%)均购自上海源叶生物科技有限公司。15批(S1~S15)无敌丹胶囊(云南无敌制药有限责任公司,批号:20190703,20190901,20190903,20190905,20191003,20191205,20200102,20200303,20200607,20200609,20200803,20210501,20210502,20210503,20200608)。分析纯甲醇(天津市致远化学试剂有限公司,批号:202212011527);色谱纯乙腈[安徽泽升(中国)科技股份有限公司,批号:22055023];分

析纯磷酸(天津市致远化学试剂有限公司,批号:20211001307);水为超纯水(Milli-Q Reference型超纯水机,默克密理博公司)。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷R₁、人参皂苷R_{g₁}、川续断皂苷VI、人参皂苷R_{b₁}及补骨脂素适量,加甲醇溶解并定容制成质量浓度分别为0.058 3、0.057 5、0.165、0.693、0.257 5、0.663、0.021 8 mg/mL的混合对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取无敌丹胶囊粉末约10 g,精密称定,置于250 mL具塞锥形瓶中,加100 mL甲醇,超声(功率20 W,频率40 Hz)提取2次,30 min/次,合并滤液,浓缩,加甲醇定容至125 mL,即得。

2.1.3 阴性对照品的制备 按照部颁处方及工艺,在中医基础理论的指导下制成缺三七、黄芪、杜仲、补骨脂及续断的阴性对照品,依据“2.1.2”项下的方法制备,即得。

2.2 色谱条件 WondaSil C₁₈ Superb(250.0 mm×4.6 mm,5 μm)色谱柱,填充剂为十八烷基硅烷键合硅胶。流动相为乙腈(A)-0.05%磷酸水溶液(B),梯度洗脱:0~30 min,19%A→40%A,81%B→60%B;流速:1.0 mL/min;检测波长:203 nm;柱温:30 ℃;进样体积:10 μL。

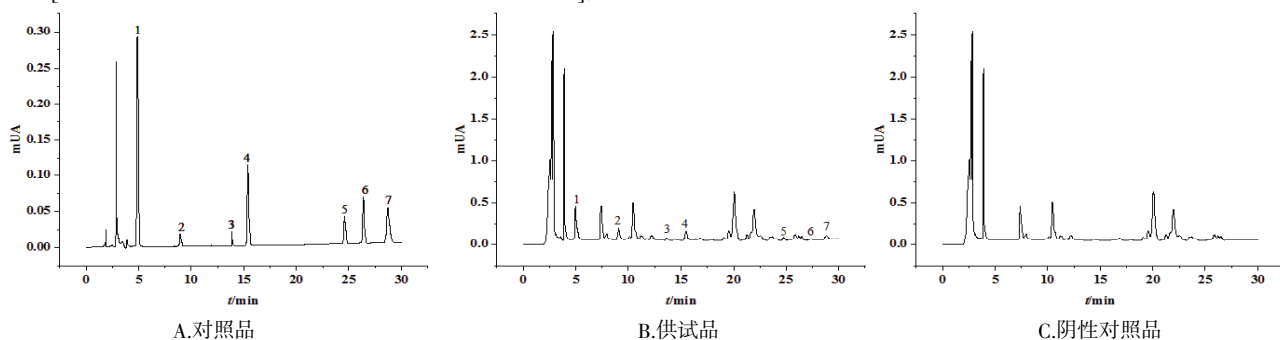
2.3 专属性考察 取“2.1”项下对照品溶液、供试品溶液及阴性对照品溶液各10 μL,在“2.2”项下色谱条件下测定。样品无阴性干扰,且各目标峰分离度均大于1.5。(见图1)

2.4 线性关系考察 吸取“2.1.1”溶液,依次稀释成不同质量浓度,在“2.2”项色谱条件下进样测定。以对照品质量浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)进行回归。各成分在各自范围内线性关系良好。(见表1)

表 1 各种成分的回归方程、相关系数和线性范围

成分	回归方程	线性范围/(mg/mL)	R ²
松脂醇二葡萄糖苷	y=4E+06x+991 082	0.116 6~1.166 0	0.999 3
毛蕊异黄酮葡萄糖苷	y=4E+06x+69 178	0.115 0~1.150 0	0.999 3
三七皂苷R ₁	y=323 754x-14 156	0.033 0~0.330 0	0.999 4
人参皂苷R _{g₁}	y=364 884x-55 064	0.138 6~1.386 0	0.999 5
人参皂苷R _{b₁}	y=150 109x-21 706	0.132 6~1.326 0	0.999 7
川续断皂苷VI	y=370 873x-22 778	0.515 0~5.150 0	0.999 5
补骨脂素	y=6E+06x-23 882	0.116 6~2.332 0	0.999 9

2.5 精密度试验 吸取“2.1.1”项下混合对照品溶液适量,在



注:1.松脂醇二葡萄糖苷;2.毛蕊异黄酮葡萄糖苷;3.三七皂苷R₁;4.人参皂苷R_{g₁};5.川续断皂苷VI;6.人参皂苷R_{b₁};7.补骨脂素。

图 1 各成分高效液相色谱图

“2.2”项下色谱条件下进样6次。松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷VI、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素峰面积RSD值分别为0.59%、0.38%、0.51%、0.45%、0.51%、0.35%、0.52%，表明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验 取同一批的无敌丹胶囊样品，“2.1.2”项方法制备6份供试品溶液，于0、3、6、9、12、24 h在“2.2”项下色谱条件进样检测。松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷VI、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素的峰面积RSD值分别为1.87%、1.93%、1.87%、1.79%、1.90%、1.95%。各成分的RSD值均在2%以内，表明无敌丹胶囊供试品溶液在室温下贮存的24 h内具有较好的稳定性。

2.7 重复性试验 取同一批次的无敌丹胶囊样品6份供试品溶液，在“2.2”项色谱条件下测定。松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷VI、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素峰面积RSD值分别为0.56%、1.32%、1.98%、1.52%、1.77%、1.67%、1.94%，表明该方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称定各成分含量已知的无敌丹胶囊6份，每份5 g，按100%水平精密加入对照品，按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.2”项色谱条件下进样测定，根据外标法计算平均回收率^[4]。结果显示，松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷VI、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素的平均加样回收率分别为99.75%、100.08%、98.95%、99.77%、99.22%、98.79%、99.88%，在98.79%~100.08%范围内。

2.9 相对校正因子计算 取“2.1.1”项下混合对照品溶液，按2、4、6、8、10、15、20 μ L的进样体积在“2.2”项下色谱条件检测，用浓度与峰面积之比计算校正因子，将待测成分与内参物校正因子之比计算 f_i/s ，计算公式为 $f_i/s = A_s C_i / C_s A_i$ ，式中 A_s 为内参物峰面积， C_i 为待测物质量浓度， C_s 为内参物质量浓度， A_i 为待测物峰面积^[5]。结果见表2。

2.10 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响 取“2.1.1”项下混合对照品溶液适量，考察不同仪器、不同色谱柱对各成

表2 各成分的相对校正因子

进样体积/ μ L	松脂醇二葡萄糖苷	三七皂苷 R_1	人参皂苷 R_{g1}	川续断皂苷VI	人参皂苷 R_{b1}	补骨脂素
2	1.010 3	13.840 9	12.974 4	14.047 3	19.179 0	0.702 3
4	1.001 1	13.912 0	13.115 1	14.014 8	18.739 4	0.698 2
6	1.009 7	13.917 8	13.069 3	14.106 3	18.658 7	0.698 7
8	1.008 6	13.859 1	13.033 2	14.066 4	18.662 3	0.698 8
10	1.008 4	13.963 8	13.087 8	13.990 4	18.727 4	0.697 3
15	1.007 3	13.653 8	12.821 8	13.762 2	18.343 5	0.687 3
20	1.007 6	13.021 6	12.215 4	13.113 8	17.524 7	0.695 6
平均	1.007 6	13.738 4	12.902 4	13.871 6	18.547 9	0.696 9
RSD/%	0.30	0.19	0.21	0.20	0.14	0.91

表3 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响

仪器	色谱柱	相对校正因子					
		松脂醇二葡萄糖苷	三七皂苷 R_1	人参皂苷 R_{g1}	川续断皂苷VI	人参皂苷 R_{b1}	补骨脂素
Waters e2695型	WondaSil C ₁₈ Superb	0.985 3	13.849 7	12.951 6	13.945 4	18.723 8	0.698 8
	Sepax Sapphire-C ₁₈	0.952 0	13.732 4	12.811 3	13.883 2	18.538 3	0.700 0
	Welch Ultimate XB-C ₁₈	0.964 5	13.793 4	12.752 3	13.775 3	18.423 6	0.725 4
Waters 1525 EF型	WondaSil C ₁₈ Superb	0.965 5	13.229 9	13.116 0	13.411 6	18.262 9	0.692 3
	Sepax Sapphire-C ₁₈	0.977 5	13.748 2	13.187 8	13.443 6	18.305 6	0.711 6
	Welch Ultimate XB-C ₁₈	0.968 5	13.675 3	13.107 6	13.474 2	18.674 5	0.703 2
平均	—	0.968 9	13.671 5	12.987 8	13.655 6	18.488 1	0.705 2
RSD/%	—	1.19	1.64	1.37	1.76	1.03	1.66

表4 不同仪器、色谱柱对相对保留时间的影响

仪器	色谱柱	相对保留时间值					
		松脂醇二葡萄糖苷	三七皂苷 R_1	人参皂苷 R_{g1}	川续断皂苷VI	人参皂苷 R_{b1}	补骨脂素
Waters e2695型	WondaSil C ₁₈ Superb	0.543 3	1.540 8	1.719 2	2.640 0	2.736 2	2.908 5
	Sepax Sapphire-C ₁₈	0.547 4	1.533 1	1.709 6	2.620 6	2.805 8	2.951 4
	Welch Ultimate XB-C ₁₈	0.553 7	1.523 5	1.724 6	2.634 6	2.798 5	2.954 2
Waters 1525 EF型	WondaSil C ₁₈ Superb	0.556 7	1.516 0	1.681 6	2.623 6	2.791 7	2.976 2
	Sepax Sapphire-C ₁₈	0.555 5	1.516 7	1.682 7	2.625 3	2.800 8	2.945 4
	Welch Ultimate XB-C ₁₈	0.562 6	1.536 7	1.694 2	2.631 4	2.774 1	2.946 7
平均	—	0.553 2	1.527 8	1.702 0	2.629 3	2.784 5	2.947 1
RSD/%	—	1.25	0.69	1.09	0.28	0.94	0.74

分相对校正因子的影响。不同仪器条件下,6种成分的相对校正因子的RSD<2%,稳定性及重现性良好。(见表3)

2.11 待测成分色谱峰定位选择 色谱峰的准确定位是保证一测多评法应用的前提,一般采用相对保留时间值来定位其余待测成分色谱峰。相对保留值指各待测成分与内参物(s)间

保留时间的比值^[16],计算公式:ras=tRa/tRs。以毛蕊异黄酮葡萄糖苷为基准峰,采用相对时间保留法,分别对松脂醇二葡萄糖苷、三七皂苷R₁、人参皂苷R_{g₁}、川续断皂苷VI、人参皂苷R_{b₁}及补骨脂素进行定位。对比考察不同高效液相色谱仪、不同型号色谱柱是否会对相对保留时间值的有所影响。当换用

表 5 15 批无敌丹胶囊中 7 种成分含量测定结果

批次	方法	松脂醇二葡萄糖苷/(mg/g)	毛蕊异黄酮葡萄糖苷/(mg/g)	三七皂苷R ₁ /(mg/g)	人参皂苷R _{g₁} /(mg/g)	川续断皂苷VI/(mg/g)	人参皂苷R _{b₁} /(mg/g)	补骨脂素/(mg/g)
S1	外标法	2.351 3	1.429 6	5.020 1	12.560 1	2.486 9	3.537 8	0.189 2
	一测多评法	2.349 7	-	4.939 1	12.382 2	2.465 8	3.503 9	0.189 1
	RSD%	0.05	-	1.15	1.01	0.60	0.68	0.04
S2	外标法	1.869 5	1.053 4	3.989 0	13.182 4	2.080 8	3.107 8	0.141 5
	一测多评法	1.868 2	-	3.924 6	12.995 7	2.063 1	3.078 0	0.140 7
	RSD%	0.05	-	1.15	1.01	0.60	0.68	0.40
S3	外标法	2.310 5	1.337 9	5.809 8	13.758 4	3.064 7	3.639 0	0.166 6
	一测多评法	2.309 0	-	5.716 1	13.563 6	3.038 6	3.604 1	0.166 5
	RSD%	0.05	-	0.40	1.15	1.01	0.60	0.68
S4	外标法	2.262 0	1.420 7	5.907 7	16.985 7	3.074 8	5.077 2	0.157 8
	一测多评法	2.260 5	-	5.812 4	16.745 1	3.048 7	5.028 5	0.157 7
	RSD%	0.05	-	1.15	1.01	0.60	0.68	0.04
S5	外标法	1.886 3	1.105 3	4.173 9	12.552 4	2.203 1	2.981 9	0.152 3
	一测多评法	1.885 0	-	4.106 5	12.374 6	2.184 4	2.953 3	0.152 2
	RSD%	0.05	-	1.15	1.01	0.60	0.68	0.05
S6	外标法	1.840 4	1.227 5	6.368 8	7.756 3	2.825 0	3.847 5	0.193 8
	一测多评法	1.838 8	-	6.265 1	7.645 3	2.800 1	3.810 0	0.194 2
	RSD%	0.06	-	1.16	1.02	0.63	0.69	0.15
S7	外标法	1.671 1	1.122 5	6.350 0	7.538 8	2.505 0	3.471 3	0.210 0
	一测多评法	1.670 8	-	6.251 2	7.435 3	2.485 0	3.439 8	0.210 2
	RSD%	0.01	-	1.11	0.98	0.57	0.64	0.07
S8	外标法	1.503 0	1.087 5	5.186 3	7.791 3	2.595 0	3.948 8	0.215 0
	一测多评法	1.502 7	-	5.105 0	7.684 4	2.574 5	3.913 2	0.214 5
	RSD%	0.01	-	0.07	1.12	0.98	0.56	0.64
S9	外标法	1.528 7	1.155 0	5.531 3	8.053 8	2.700 0	3.558 8	0.186 3
	一测多评法	1.528 2	-	5.443 5	7.942 5	2.678 4	3.526 2	0.185 8
	RSD%	0.02	-	1.13	0.98	0.57	0.65	0.19
S10	外标法	1.419 0	1.091 3	5.938 8	6.781 3	2.488 8	2.928 8	0.167 5
	一测多评法	1.417 7	-	5.841 7	6.683 3	2.466 7	2.899 4	0.166 9
	RSD%	0.06	-	1.17	1.03	0.63	0.71	0.25
S11	外标法	2.109 7	1.263 8	5.076 3	9.628 8	2.905 0	3.727 5	0.137 5
	一测多评法	2.108 2	-	4.994 4	9.492 3	2.880 3	3.691 9	0.137 8
	RSD%	0.05	-	1.15	1.01	0.60	0.68	0.15
S12	外标法	2.116 1	1.385 0	5.446 3	10.581 3	3.013 8	4.236 3	0.152 5
	一测多评法	2.114 1	-	5.357 4	10.429 2	2.987 9	4.194 9	0.152 8
	RSD%	0.07	-	1.16	1.02	0.61	0.69	0.14
S13	外标法	1.688 3	1.227 5	4.041 3	6.655 0	2.582 5	2.592 5	0.148 8
	一测多评法	1.686 6	-	3.974 3	6.558 2	2.559 6	2.566 9	0.149 2
	RSD%	0.07	-	1.18	1.04	0.63	0.70	0.19
S14	外标法	1.932 6	1.180 0	4.405 0	12.792 5	2.858 8	2.693 8	0.166 3
	一测多评法	1.931 2	-	4.334 1	12.611 5	2.834 9	2.668 2	0.165 7
	RSD%	0.05	-	1.15	1.01	0.59	0.68	0.26
S15	外标法	2.064 1	1.155 0	6.636 3	8.235 0	2.860 0	2.888 8	0.171 3
	一测多评法	2.062 7	-	6.528 5	8.117 9	2.835 7	2.860 6	0.171 0
	RSD%	0.05	-	1.16	1.01	0.60	0.69	0.12

不同仪器、不同色谱柱时,松脂醇二葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷 VI 、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素的相对保留时间仍具有良好的准确性及重现性。(见表4)

2.12 样品含量测定 按照“2.1.2”项下制备15批样品溶液,在“2.2”项下色谱条件进行测定,分别以外标法和一测多评法计算含量,结果见表5。可见2种方法所得结果相近($RSD < 2\%$)。

3 讨论

3.1 内标物的选择 无敌丹胶囊由黄芪、三七、杜仲、续断、怀牛膝、醋乳香、醋没药、苏木、肉苁蓉、当归、骨碎补、补骨脂、龙血竭、淫羊藿、细辛、羌活、川芎、熟地黄、桂枝及香加皮组成。其中黄芪作为君药发挥着重要作用,其成分毛蕊异黄酮葡萄糖苷为方中活性成分之一^[17]。毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品的化学性质稳定、含量较高、价格较低,本研究选择毛蕊异黄酮葡萄糖苷作为内标。

3.2 指标成分的选择 黄芪中毛蕊异黄酮葡萄糖苷为方中主要活性成分之一,具有防治糖尿病肾病、改善肾功能等作用^[18];三七所含的人参皂苷 R_{g1} 、人参皂苷 R_{b1} 及三七皂苷 R_1 等有效成分具有保护脑血管和恢复受损部位机理代谢的功能,可促进损伤部位生理代谢的恢复^[19];川续断皂苷 VI 可平衡细胞外基质胶原异常代谢,诱导肌腱细胞增殖,有利于保持肌腱胶原的稳定性^[20];杜仲中松脂醇二葡萄糖苷对膝关节关节炎软骨细胞具有保护作用^[21];补骨脂中补骨脂素具有抗骨质疏松症、修复肾脏损伤、缓解肾脏纤维化及减少肾脏中腺嘌呤结晶等作用^[22-23]。本研究中标物的选择以君臣佐使为原则,选取了君药中黄芪主要成分毛蕊异黄酮葡萄糖苷,杜仲主要成分松脂醇二葡萄糖苷,续断主要成分川续断皂苷 VI ,三七中三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、人参皂苷 R_{b1} ,以及臣药中补骨脂中补骨脂素为定量指标成分。

3.3 流动相的选择 本研究分别以乙腈-水、乙腈-0.05%磷酸水溶液、甲醇-0.05%磷酸水流动相进行对比考察,考察的主要指标为供试品中松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷 VI 、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素7个目标成分在色谱图中的分离程度。为同时实现7种成分的有效分离,预试验采用了等度洗脱、不同时间条件的梯度洗脱。结果表明,以乙腈(A)-0.05%磷酸水溶液(B)为流动相(0~30 min, 19%A→40%A, 81%B→60%B)时各峰分离度良好且检验时间较短,可有效节省检验时间。综合考虑洗脱时间与洗脱质量,本研究选取乙腈(A)-0.05%磷酸水溶液(B)为流动相(0~30 min, 19%A→40%A, 81%B→60%B)。

3.4 待测成分色谱峰定位方式选择 色谱峰的准确定位是保证一测多评法应用的前提,一测多评法主要适用于待测成分的对照品难以获得、稳定性差及成本高等中药的含量测定^[24]。该方法已在化学药物、中药材与饮片及中药制剂中的多种活性成分或有关物质的测定中得到应用^[25]。该方法操作成本低,能够同步进行多个成分测定,从而减少对照品的用量,但在进行色谱峰定位时,不同色谱柱或色谱系统差别较大,色谱峰定位方法的仍有待完善^[26]。目前常用色谱峰方法主要有保留时间差法^[27-28]、双标线性校正法^[29-30]和相对保留时间法^[31-32]。本研究采用相对保留时间值法,以内参物毛蕊异黄酮葡萄糖

苷色谱峰为基准峰,运用相对保留时间值的方法定位松脂醇二葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷 VI 、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素6种待测成分色谱峰位置,同时对比考察采用不同色谱仪与色谱柱时,毛蕊异黄酮葡萄糖苷的相对保留时间值的重现性、准确性是否良好。结果表明,当用不同的色谱仪与色谱柱时,以内参物毛蕊异黄酮葡萄糖苷色谱峰为基准峰,对松脂醇二葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷 VI 、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素6种待测成分色谱峰进行定位,能更直观呈现出峰的位置。

4 结论

本研究建立的一测多评法能同时测定无敌丹胶囊中松脂醇二葡萄糖苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g1} 、川续断皂苷 VI 、人参皂苷 R_{b1} 及补骨脂素7种成分的含量。该方法具有较好的稳定性、准确性和耐用性,可有效节约对照品,提高检测速度,降低成本,便于应用于该制剂生产过程中的质量控制。

参考文献

- [1] 张群.无敌丹胶囊在外伤性颈髓损伤早期治疗中的应用[J].云南中医中药杂志,2018,39(11):51-52.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].北京:中国医药科技出版社,2020.
- [3] 高宇声.无敌丹胶囊治疗骨性关节炎的临床观察[J].云南中医中药杂志,2018,39(7):40-42.
- [4] 郑筱萸.中药新药临床研究指导原则:试行[M].北京:中国医药科技出版社,2002:48.
- [5] 梁晓昆.无敌丹胶囊对168例骨质疏松症患者的临床观察[J].云南中医中药杂志,2016,37(9):50-51.
- [6] 杨小兰,谢和兵,尼玛次仁,等.HPLC法测定藏药十六味杜鹃花丸中羟基红花黄色素A的含量[J].食品与药品,2023,25(5):432-435.
- [7] 王智民,钱忠直,张启伟,等.一测多评法建立的技术指南[J].中国中药杂志,2011,36(6):657-658.
- [8] 王智民,高慧敏,付雪涛,等.“一测多评”法中药质量评价模式方法学研究[J].中国中药杂志,2006,31(23):1925-1928.
- [9] 任坤瑾,徐静,何胜利.基于一测多评法对补肾康乐胶囊中7种成分的质量控制研究[J].中国药师,2020,23(8):1539-1544.
- [10] 郭朝晖,刘立,马灵珍.HPLC-QAMS法同时测定天麻钩藤颗粒中10种成分的含量[J].沈阳药科大学学报,2022,39(8):919-930,1017.
- [11] 田甜,陈镜楼,黄徐英,等.高效液相色谱一测多评法同时测定木丹颗粒中9种成分[J].医药导报,2022,41(3):388-395.
- [12] 张佳,田丽莉,万晓青.基于一测多评法对保喉片中8种成分的质量控制研究[J].中国现代应用药学,2021,38(1):55-62.
- [13] 杨昌贵,龚安慧,张成刚,等.HPLC法同时测定续断药材

- 中7个成分的含量[J].中国药房,2022,33(6):680-684.
- [14] 刘靖,靳婉君,郭朝晖,等.一测多评法同时测定通宣理肺丸中9种成分的含量[J/OL].中成药,1-6(2023-11-27) <http://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1368.r.20231123.1535.004.html>.
- [15] 何天雨,梅茜,王晓丽,等.基于一测多评法含量测定及薄层鉴别的经典名方竹茹汤颗粒剂的质量评价研究[J].中草药,2023,54(14):4511-4519.
- [16] 喻欢欢,钟猛,丁锐,等.一测多评法测定玄参中7种有效成分的含量[J].中国中药杂志,2017,42(14):2719-2724.
- [17] 何清华,徐伟,杨云芝,等.多指标正交试验优化损伤中期口服液的提取工艺[J].中医导报,2024,30(3):56-60.
- [18] 唐甜甜,刘文,王群,等.基于糖尿病肾病大鼠模型黄芪六一汤药效组分的PK-PD结合模型的建立[J].药物评价研究,2024,47(8):1804-1819.
- [19] 杨笑云.人参、三七皂苷类成分及药理活性差异探究(一)[D].北京:北京中医药大学,2023.
- [20] 王坤,何本祥.川续断皂苷VI修复兔肌腱病[J].中国组织工程研究,2022,26(2):211-217.
- [21] 楼红侃,许旻鸣,方剑利,等.基于PI3K/Akt信号通路探讨松脂醇二葡萄糖苷对兔膝关节关节炎软骨细胞保护机制的研究[J].中华中医药学刊,2023,41(1):190-193,286-289.
- [22] 肖文艳.补骨脂微生物发酵产物抗CKD血管钙化的活性研究[D].成都:成都大学,2024.
- [23] 张云开.骨质疏松方治疗肾虚血瘀型绝经后骨质疏松症的临床观察[D].南昌:江西中医药大学,2023.
- [24] 方宝霞,李湘,滚代芬,等.一测多评法应用于化学药及中药的化学药成分质量控制研究进展[J].药物评价研究,2023,46(6):1382-1388.
- [25] 邱琼华,覃子龙,张蓓,等.一测多评法同时测定清热颗粒中5种成分的含量[J].中医导报,2022,28(7):67-71.
- [26] 张初瑜,陈素红,吴素香.一测多评法测定复方人参片中的8种苷类成分[J].中国现代应用药学,2018,35(5):708-714.
- [27] 刘小伟,宝鲁尔,荣君,等.一测多评法同时测定蒙药吉如合-6中6种成分含量[J].中国现代应用药学,2022,39(19):2457-2464.
- [28] 王昱涵,王志萍,谢谭芳,等.一测多评法同时测定金母颗粒中6种成分[J].中药新药与临床药理,2023,34(3):414-419.
- [29] 牛艳,栾永福,许丽丽,等.双标线性校正法用于槐角炭的指纹图谱研究[J].药物分析杂志,2022,42(9):1652-1658.
- [30] 赵一擎,张红伟,王晓燕,等.双标线性校正法用于一清颗粒的多指标成分定性分析[J].中国药理学杂志,2022,57(12):1021-1026.
- [31] 遑安航,李思思,陈瑾,等.一测多评法同时测定连翘归尾颗粒中3种成分[J].中成药,2022,44(9):2779-2783.
- [32] 陈家仪,栗建明,顾利红,等.一测多评法同时测定祛痰止咳颗粒中7种成分的含量[J].药学学报,2022,57(11):3405-3410.

(收稿日期:2024-09-14 编辑:蒋凯彪)

(上接第82页)质量标准提升研究[J].中国药业,2023,32(22):85-88.

- [16] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].北京:中国医药科技出版社,2020:30.
- [17] 杨宝莲,吴建华,廖洲青.新甲伤药胶囊中三七的质量控制研究[J].江西医药,2022,57(10):1397-1401.
- [18] 袁铭铭,周国平,熊晓丽,等.高效液相色谱法测定虎力散片中三七皂苷R1、人参皂苷Rg1和Rb1的含量[J].药品评价,2021,18(21):1289-1292.
- [19] 赵慧雯,雷丸,潘雯,等.青柏散质量标准研究[J].中医导报,2024,30(1):55-58,65.
- [20] 牟娟,李健田,毛子春.HPLC法一测多评法对补气养血合剂中人参、三七的含量测定研究[J].云南中医中药杂志,2021,42(5):73-77.
- [21] 石礼平,张国壮,刘丛盛,等.三七化学成分和药理作用研究概况及质量标志物的预测[J].中国中药杂志,2023,48(8):2059-2067.
- [22] 刘凯娜,王晓云,潘赢,等.全蝎质量评价及标准提高研究[J].中国现代中药,2017,19(2):209-213.
- [23] 王少平,赵一慕,李盼盼,等.基于网络药理学的土鳖虫破血逐瘀作用机制研究[J].中国现代中药,2021,23(3):457-463,469.
- [24] 王潇,文敏,郑沛,等.土鳖虫化学成分和药理作用的研究进展及其质量标志物(Q-Marker)的预测分析[J].环球中医药,2024,17(5):933-940.
- [25] 陈伟韬,刘梦云,李养学,等.金边土鳖薄层色谱鉴别方法的改进[J].时珍国医国药,2020,31(4):872-874.
- [26] 郭玺,刘盼茹,唐乙朝,等.三七皂苷成分及临床药理作用研究进展[J].南京中医药大学学报,2024,40(9):985-992.
- [27] 叶辉,李华宇,谷应丽,等.三七总皂苷的提取及含量测定[J].南开大学学报(自然科学版),2021,54(3):54-59.
- [28] 蒙蒙,王岩.一测多评法测定不同产地和生长年限三七中5个成分的含量[J].中药材,2023,46(4):959-964.
- [29] 印晓红,闵会,周祥,等.三七药酒中人参皂苷Rg1、人参皂苷Rb1的含量测定[J].中国药品标准,2021,22(6):549-554.
- [30] 蒋蓓,周旭,谭茂兰,等.血塞通咀嚼片质量标准研究[J].中国民族民间医药,2022,31(23):32-35.
- [31] 陈肇娜,吴丽荣,李丝红.超声提取法测定三七片中三七皂苷R1、人参皂苷Rg1和人参皂苷Rb1的含量[J].海峡药学,2022,34(9):54-56.

(收稿日期:2024-10-08 编辑:蒋凯彪)