

一测多评法同时测定蒙药三子散中 7 种指标成分

刘宏, 雷露静, 白玉琴, 王焕芸*

(内蒙古医科大学药学院, 呼和浩特 010110)

[摘要] **目的:** 建立一测多评法同时测定三子散不同药材中的 3 类指标成分的含量, 包括有机酸类(没食子酸、绿原酸), 环烯醚萜苷类(羟异栀子苷、京尼平龙胆二糖苷、栀子苷), 西红花苷类(西红花苷 I, 西红花苷 II), 并验证此方法用于三子散中 7 种指标成分测定的可行性和技术适用性。**方法:** 采用 Shimadzu C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 以乙腈-0.1% 磷酸水为流动相, 梯度洗脱, 柱温 30 °C, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长(0~15 min) 271 nm, (16~45 min) 240 nm, (46~83 min) 330 nm, (84~115 min) 240 nm, (116~150 min) 440 nm; 以栀子苷为内参物建立与其他 6 种待测成分的相对校正因子, 并用 2 台不同的色谱仪和 3 种不同的色谱柱对建立的相对校正因子的耐用性进行考察; 用建立的校正因子进行计算, 完成一测多评法含量测定。同时采用常规的外标法对这 7 种成分进行含量测定, 用 *t* 检验评价 2 种方法测定结果的差异。**结果:** 一测多评法与外标法测定结果无显著性差异, 一测多评法可以替代外标法。**结论:** 一测多评法准确可靠, 可用于对三子散不同药材中的不同类成分进行含量测定。

[关键词] 三子散; 一测多评; 校正因子; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)18-0058-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2017180058

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170629.0917.024.html>

[网络出版时间] 2017-06-29 9:17

Simultaneous Determination of Seven Constituents in Mongolian Medicine Sanzisan with Quantitative Analysis of Multi-components by Single Marker

LIU Hong, LEI Lu-jing, BAI Yu-qin, WANG Huan-yun*

(School of Pharmacy, Inner Mongolia Medical University, Huhhot 010110, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the method to determine 3 types of components of Sanzisan, organic acid (gallic acid, chlorogenic acid), iridoid aglycones (gardenoside, genipingentiobioside, geniposide), crocin (crocin-I, crocin-II) by using quantitative analysis of multi-components by single marker (QAMS) and validate its feasibility. **Method:** Shimadzu C₁₈ column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was used with mobile phase consisting of acetonitrile-0.1% phosphoric acid for gradient elution at a flow rate of 1.0 mL·min⁻¹. The column temperature was 30 °C and the detection wavelength was (0-15 min) 271 nm, (16-45 min) 240 nm, (46-83 min) 330 nm, (84-115 min) 240 nm, and (116-150 min) 440 nm. The relative correction factors (RCF) of other components were calculated with geniposide as the internal reference. Then the RCF durability was investigated with 2 different HPLC instruments and 3 columns. Meanwhile, content of 7 components was determined by conventional external standard method, and *t* test was used to evaluate the difference between these two methods. **Result:** The results determined by two methods were compared, without significant differences, so QAMS can replace external standard

[收稿日期] 20170208(017)

[基金项目] 内蒙古自治区教育厅项目(NJZY106)

[第一作者] 刘宏, 硕士, 助理研究员, 从事药物合成与质量控制的研究, Tel:15547168589, E-mail:lhsn@163.com

[通讯作者] *王焕芸, 教授, 硕士生导师, 从事中蒙药质量标准与药效物质基础的研究, Tel:0471-6653116, 18647116320, E-mail:whuanyun999@163.com

method. **Conclusion:** The QAMS method was suitable for the quality control of Sanzisan.

[**Key words**] Sanzisan; quantitative analysis of multi-components by single marker (QAMS); relative correction factors (RCF); quality control

蒙古族药是民族医药不可或缺的一部分,是蒙古族千百年来积攒的宝贵财富。因其具有独特的功效,蒙古族药逐渐受到研究者的重视,近年来,有关蒙古族药的研究逐渐增多,同时,为了顺应国际和国内的用药需求,对蒙古族药的质量控制也不再是单一成分的含量测定,而是通过对多个成分同时测定实现蒙古族药的多指标质量评价。鉴于多指标评价模式存在的对照品用量大,部分对照品价格昂贵或不易获得等原因,王智民等^[1]首次提出了一测多评(quantitative analysis of multi-components by single marker, QAMS)的多指标成分质量评价模式,即以样品中某一典型组分(价廉、易得)为内参物,建立该组分与其他组分之间的相对校正因子(RCF),通过 RCF 计算其他组分的含量。一测多评法有效的回避了上述问题,逐渐成为中药、蒙古族药多指标成分含量测定的首选方法。目前,2015 年版《中国药典》已收录了丹参及黄连的一测多评法。

三子散系蒙古族经典名方,最早收录于《四部医典》,由诃子、川楝子、栀子 3 味药组成,现收录于 2015 年版《中国药典》,可清血热、解毒,用于温热、血热、新久热的治疗^[2];将其制成糊状外用具有收敛、止痛、消炎的作用^[3]。在临床上,三子散用于治疗与血、热、湿有关的疾病^[4]。

三子散常作为单方或基础方与其他蒙古族药材组合成新的方剂使用,因其单味药材较易获得且疗效确切、稳定,在蒙古族医中有较高的使用率,是蒙古族医较常用的方剂之一,2015 年版《中国药典》收录了三子散,对三子散进行了显微鉴别,并用高效液相色谱法测定了其中栀子苷的含量。使用现代化仪器及手段对蒙古族药进行深入研究是促进其发展的必经之路,目前已有文献报道中对三子散的质量控制尚停留在薄层鉴别及单个成分含量测定阶段,文献报道的对三子散中没食子酸或栀子苷的测定,亦是通过对单个成分的测定对三子散进行质量评价,尚无通过多指标成分含量测定对三子散进行质量控制的方法^[5-8]。本文参照中药及其复方的研究思路,使用一测多评法对三子散中 7 种指标成分进行同时测定。现代药理研究表明组成三子散的 3 味药诃子、川楝子均有其独特的药理作用,其中诃子的主要活性成分为羟异栀子苷、栀子苷、京尼平龙胆

二糖苷、西红花苷-I 和西红花苷-II 等,诃子的主要活性成分为没食子酸、绿原酸等。本文以栀子苷为参照物,以一测多评法测定三子散中主要活性成分没食子酸、羟异栀子苷、京尼平龙胆二糖苷、绿原酸、西红花苷-I 和西红花苷-II 的含量,实现三子散的多指标质量评价模式。

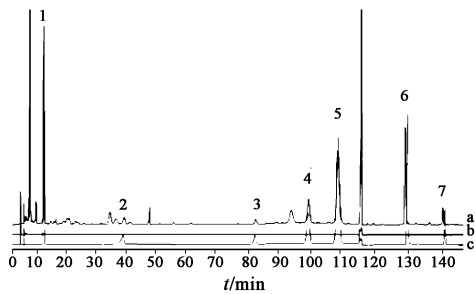
1 材料

Dionex Ulti Mate3000 型高效液相色谱仪(美国 Thermo-Fisher 公司,包括二极管阵列检测器,双三元梯度泵,自动进样器,柱温箱),LC20 型高效液相色谱仪(日本岛津公司,包括二极管阵列检测器,自动进样器,柱温箱),AL204 型 1/1 万分电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司),AB135-S 型 1/10 万电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司),KQ-250DA 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),RE-2000A 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂),LoQuest 型冷冻干燥机(西班牙 Telstar 公司)。

三子散冻干粉自制(为方便储存,将三子散制备成冻干粉);对照品没食子酸(中国食品药品检定研究院,批号 110831-200302),羟异栀子苷(上海诗丹德生物技术有限公司,批号 3416/18637),绿原酸(阿拉丁试剂网,批号 L1425027),京尼平龙胆二糖苷(上海源叶生物科技有限公司,批号 ZM0507BA14),栀子苷(中国食品药品检定研究院,批号 110749-200512),西红花苷-I(沈阳泷浦科技有限公司,批号 LP0058-20140811),西红花苷-II(沈阳泷浦科技有限公司,批号 LP0003-20141131),纯度均 > 98%;甲醇、乙腈为色谱纯,磷酸为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Shimadzu C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),柱温 30 °C,流速 1 mL·min⁻¹,进样量 20 μL;检测波长(0 ~ 15 min)271 nm,(16 ~ 45 min)240 nm,(46 ~ 83 min)330 nm,(84 ~ 115 min)240 nm,(116 ~ 150 min)440 nm;流动相乙腈(A)-0.1% 磷酸水溶液(B)梯度洗脱(0 ~ 40 min,3% A;40 ~ 42 min,3% ~ 5% A;42 ~ 110 min,5% ~ 7% A;110 ~ 111 min,7% ~ 22% A;111 ~ 125 min,22% A;125 ~ 140 min,22% ~ 25% A;140 ~ 150 min,25% A)。在此条件下分析,各色谱峰分离度良好,阴性样品无干扰,见图 1。



1. 没食子酸; 2. 羟异栀子苷; 3. 绿原酸; 4. 京尼平龙胆二糖苷; 5. 栀子苷; 6. 西红花苷-I; 7. 西红花苷-II; a. 供试品; b. 阴性样品; c. 混合对照品

图 1 三子散中 7 个待测成分 HPLC 色谱

Fig. 1 HPLC of 7 components in Sanzisan

2.2 混合对照品溶液的制备 取没食子酸、羟异栀子苷、绿原酸、京尼平龙胆二糖苷、栀子苷、西红花苷-I 和西红花苷-II 对照品适量于 10 mL 量瓶中, 精密称定, 加 50% 甲醇至刻度, 制成质量浓度分别为 176.0, 56.15, 26.23, 322.0, 636.0, 86.75, 13.40 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的混合对照品溶液, 分别精密吸取上述混合对照品溶液 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2 mL 于 5 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 编号 1~6, 备用。

表 1 7 个成分回归方程和线性范围

Table 1 Regression equation and linear range of 7 components

成分	回归方程	相关系数	线性范围/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	定量限/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$
没食子酸	$Y=0.6426X+0.3174$	0.9995	7.040~42.24	0.0491
羟异栀子苷	$Y=0.2999X+0.0947$	0.9995	2.246~13.47	0.3622
绿原酸	$Y=0.6202X-0.049$	0.9995	1.049~6.296	0.1614
京尼平龙胆二糖苷	$Y=0.175X+0.2656$	0.9995	12.88~77.28	0.5600
栀子苷	$Y=0.328X+0.9307$	0.9995	25.44~152.6	0.3216
西红花苷-I	$Y=1.1298X+0.4058$	0.9997	3.469~20.81	0.0353
西红花苷-II	$Y=1.7645X+0.0606$	0.9999	0.5359~3.215	0.0187

2.4.2 精密度试验 取同一份三子散供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件连续进样 6 次, 记录各成分色谱峰峰面积, 计算 RSD, 结果 7 个成分峰面积 RSD 均 < 2%, 表明仪器精密度良好。

2.4.3 重复性试验 按 2.3 项下方法平行制备 6 份三子散供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件分析, 记录各指标成分的峰面积, 计算含量及 RSD, 结果 7 种成分含量 RSD 均 < 2%, 表明所用提取及检测方法重复性良好。

2.4.4 稳定性试验 取同一份三子散供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件分别于 0, 3, 6, 9, 12, 24 h 进样, 记录各指标成分色谱峰峰面积, 计算 RSD, 结果各成分峰面积 RSD 均 < 2%, 表明样品在 24 h 内稳

2.3 溶液的制备

2.3.1 三子散冻干粉的制备 取三子散 100 g, 加水 3 000 mL, 回流提取 3 次, 合并滤液, 浓缩, 使含药量为 0.17 $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。将浓缩液在 -20℃ 冰箱中冷冻 24 h, 置冷冻干燥机中干燥 48 h, 即得。

2.3.2 供试品溶液的制备 取已制备的三子散冻干粉约 0.3 g, 精密称定, 置 100 mL 锥形瓶中, 精密加入蒸馏水 25 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用蒸馏水补足减失质量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 3 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.3.3 阴性样品溶液的制备 取不含栀子、诃子的三子散样品, 按 2.3.1 项下方法制备冻干粉后, 同 2.3.2 项下方法制备阴性样品溶液。

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察 分别取 2.2 项下 1~6 号混合对照品溶液, 按 2.1 项下色谱条件进样, 记录各指标成分峰面积, 以溶液质量浓度 ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) 为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 各成分回归方程及线性范围见表 1。

定性良好。

2.4.5 加样回收率试验 取已知含量的三子散冻干粉 6 份, 每份 0.15 g, 精密称定, 分别加入一定量的没食子酸、羟异栀子苷、绿原酸、京尼平龙胆二糖苷、栀子苷、西红花苷-I 和西红花苷-II 对照品, 使加入量与 0.15 g 样品中各成分含量相当, 按 2.3 项下方法制备, 并按 2.1 项下方法分析, 记录各成分峰面积, 计算回收率及 RSD, 结果没食子酸、羟异栀子苷、绿原酸、京尼平龙胆二糖苷、栀子苷、西红花苷-I 和西红花苷-II 的回收率平均值分别为 102.7%, 98.65%, 99.00%, 103.6%, 100.4%, 103.5%, 99.65%, RSD 分别为 1.2%, 1.7%, 1.4%, 1.1%, 1.2%, 0.6%, 2.0%, 表明方法准确性良好。

2.5 相对校正因子的建立

2.5.1 相对校正因子的计算 参照文献,使用多点校正法计算相对校正因子,即以多个质量浓度点计算所得的相对校正因子的平均值作为含量计算用相对校正因子 ($f_{i/s}$)。按公式 $f_{i/s} = f_i/f_s = (A_i \times C_s)/(A_s \times C_i)$ (式中 A_s 为内参物峰面积, C_s 为内参物浓

度, A_i 为待测组分峰面积, C_i 为待测组分浓度) 计算相对校正因子。取 2.2 项下混合对照品溶液 1~6 号,按 2.1 项下色谱条件分析,记录各成分峰面积,以槲子苷为内参物,分别计算没食子酸、羟异槲子苷、绿原酸、京尼平龙胆二糖苷、西红花苷-I 和西红花苷-II 相对于槲子苷的相对校正因子,结果见表 2。

表 2 以槲子苷为参照的其他 6 种成分相对校正因子

Table 2 Relative correction factors (RCF) with geniposide as internal reference

No.	$f_{没/槲}$	$f_{羟/槲}$	$f_{绿/槲}$	$f_{京/槲}$	$f_{西-I/槲}$	$f_{西-II/槲}$
1	1.903 9	0.934 6	1.659 6	0.540 1	3.421 5	5.213 9
2	1.913 5	0.929 0	1.730 7	0.534 2	3.437 3	5.263 4
3	1.928 0	0.924 6	1.736 4	0.533 4	3.457 5	5.328 7
4	1.934 1	0.919 6	1.771 0	0.533 9	3.383 7	5.221 5
5	1.951 5	0.918 0	1.840 5	0.534 2	3.473 6	5.345 7
6	1.943 6	0.919 3	1.842 1	0.534 3	3.433 3	5.358 7

2.5.2 不同仪器对相对校正因子的影响 分别考察了 Dionex UltiMate3000 型及 Shimadzu LC20 型高效液相色谱仪对待测成分相对校正因子的影

响,结果各成分相对校正因子 RSD 均 < 5%,表明不同色谱仪对相对校正因子无显著性影响,结果见表 3。

表 3 不同仪器测得的相对校正因子

Table 3 RCF tested by different instruments

仪器	$f_{没/槲}$	$f_{羟/槲}$	$f_{绿/槲}$	$f_{京/槲}$	$f_{西-I/槲}$	$f_{西-II/槲}$
Dionex UltiMate3000	1.930 1	0.915 9	1.773 5	0.531 3	3.322 6	5.200 0
Shimadzu LC20	1.905 3	0.906 4	1.697 1	0.530 5	3.189 6	4.906 9

2.5.3 不同色谱柱对相对校正因子的影响 分别考察 Shimadzu C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 安捷伦不同键合工艺的 Agilent Extend-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), Agilent Eclipse

Plus-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 对各成分相对校正因子的影响,结果各成分相对校正因子 RSD 均 < 5%,表明用不同色谱柱得出的相对校正因子无显著性差异,结果见表 4。

表 4 不同色谱柱测得相对校正因子

Table 4 RCF tested by different columns

色谱柱	$f_{没/槲}$	$f_{羟/槲}$	$f_{绿/槲}$	$f_{京/槲}$	$f_{西-I/槲}$	$f_{西-II/槲}$
Shimadzu C ₁₈	1.930 1	0.915 9	1.773 5	0.531 3	3.322 6	5.200 0
Agilent Extend-C ₁₈	1.952 0	0.909 9	1.753 5	0.568 7	3.117 0	4.890 0
Agilent Eclipse Plus-C ₁₈	1.928 4	0.924 6	1.689 0	0.562 1	3.044 4	4.895 3

2.6 待测成分色谱峰的定位 实现多成分一测多评的前提是待测成分色谱峰准确定位,通常文献^[9-12]所用方法为用相对保留时间定位或保留时间差值定位。相对保留时间即计算待测成分 i 与内参物 s 保留时间的比值,计算公式 $t_{i/s} = t_i/t_s$; 保留时间差即计算待测成分 i 与内参物 s 保留时间的差值,

计算公式 $\Delta t_{i/s} = t_i - t_s$ 。采用上述 2 种色谱峰定位方式,在 Dionex UltiMate3000 型及 Shimadzu LC20 型共 2 台色谱仪上分别用 3 种不同色谱柱考察了各待测峰相对保留时间及保留时间差的重复性,结果相对保留时间法波动较小,较稳定,故选择用相对保留时间法进行峰定位,见表 5,6。

表 5 不同仪器和色谱柱测得的相对保留时间

Table 5 Relative retention time tested by different instruments and columns

仪器	色谱柱	$t_{\text{没}}/\text{瓶}$	$t_{\text{羟}}/\text{瓶}$	$t_{\text{绿}}/\text{瓶}$	$t_{\text{京}}/\text{瓶}$	$t_{\text{西-I}}/\text{瓶}$	$t_{\text{西-II}}/\text{瓶}$
Dionex UltiMate3000	Shimadzu	0.097 1	0.337 7	0.738 6	0.910 6	1.222 3	1.335 5
	Agilent Extend	0.101 6	0.342 8	0.748 2	0.910 3	1.207 9	1.321 5
	Agilent Eclipse	0.100 3	0.342 2	0.740 3	0.910 8	1.224 9	1.338 5
Shimadzu LC20	Shimadzu	0.100 1	0.342 7	0.741 1	0.910 9	1.218 9	1.331 9
	Agilent Extend	0.102 4	0.317 3	0.751 5	0.904 4	1.323 8	1.454 3

表 6 不同仪器和色谱柱测得的保留时间差

Table 6 Difference of relative retention time tested by different instruments and columns

仪器	色谱柱	$\Delta t_{\text{没}}/\text{瓶}$	$\Delta t_{\text{羟}}/\text{瓶}$	$\Delta t_{\text{绿}}/\text{瓶}$	$\Delta t_{\text{京}}/\text{瓶}$	$\Delta t_{\text{西-I}}/\text{瓶}$	$\Delta t_{\text{西-II}}/\text{瓶}$
Dionex UltiMate3000	Shimadzu	-97.347	-71.403	-28.184	-9.640	23.966	36.173
	Agilent Extend	-97.290	-71.174	-27.274	-9.710	22.516	34.820
	Agilent Eclipse	-96.770	-70.746	-27.936	-9.593	24.187	36.404
Shimadzu LC20	Shimadzu	-97.286	-71.066	-27.993	-9.633	23.667	35.887
	Agilent Extend	-87.366	-66.446	-24.190	-9.305	31.518	44.214

2.7 一测多评法(QAMS)与外标法测定结果比较
取 10 批不同批次三子散冻干粉样品,按 2.1 项下色谱条件进样,记录各待测成分峰面积,用外标法测定各成分含量,再与 QAMS 法计算得的含量

比较,用 t 检验对 2 种方法所测结果进行验证,结果 $P > 0.05$,表明两者无显著性差异,建立的一测多评法可用于三子散的多成分质量评价研究,见表 7。

表 7 QAMS 与外标法测定三子散中指标成分结果比较

Table 7 Result of detrmintion of component in Sanzisan by both QAMS and external standard method

mg·g⁻¹

批号	栀子苷		没食子酸		羟异栀子苷		绿原酸	
	a	b	a	b	a	b	a	b
1	25.759 7	8.181 5	8.197 5	2.418 8	2.406 1	0.861 3	0.873 3	
2	25.746 4	8.379 9	8.392 8	2.333 1	2.323 8	0.867 7	0.879 9	
3	24.752 3	6.763 6	6.792 0	1.329 1	1.358 4	0.871 7	0.873 1	
4	25.121 5	6.789 4	6.820 5	1.749 1	1.761 9	0.839 8	0.882 4	
5	27.936 7	7.204 0	7.251 0	1.574 6	1.599 4	0.875 1	0.913 1	
6	26.947 7	6.519 4	6.568 2	1.634 7	1.655 6	0.864 4	0.904 2	
7	25.722 5	8.079 0	8.096 1	2.317 3	2.308 6	0.874 5	0.884 1	
8	24.696 6	8.123 3	8.129 7	2.341 2	2.328 6	0.871 5	0.849 8	
9	26.099 5	8.370 1	8.386 5	2.253 3	2.248 1	0.864 1	0.888 0	
10	25.949 9	8.268 5	8.285 0	2.315 6	2.307 5	0.871 1	0.876 7	

批号	京尼平龙胆二糖苷		西红花苷-I		西红花苷-II	
	a	b	a	b	a	b
1	12.861 6	12.853 5	4.271 8	4.254 1	0.380 8	0.385 2
2	12.858 3	12.850 1	4.194 8	4.179 2	0.363 7	0.368 4
3	12.629 8	12.614 1	4.404 5	4.378 0	0.388 6	0.392 4
4	11.984 0	11.995 3	4.480 8	4.454 2	0.394 4	0.398 4
5	13.537 6	13.539 0	4.304 4	4.295 8	0.379 3	0.384 7
6	12.693 0	12.707 1	4.690 2	4.667 4	0.418 5	0.423 0
7	12.262 2	12.273 0	4.154 2	4.139 6	0.361 2	0.365 9
8	12.901 3	12.875 5	3.889 0	3.876 6	0.366 3	0.370 4
9	12.891 4	12.887 4	4.263 1	4.247 3	0.378 0	0.382 7
10	13.088 4	13.075 9	4.083 1	4.071 4	0.364 9	0.369 6

注: a 代表外标法, b 代表 QAMS。

3 讨论

3.1 色谱条件的考察 分别考察了以甲醇-水、乙腈-水为流动相,结果发现以甲醇-水为流动相部分峰分离效果不好,且分析时间过长,故选用乙腈-水为流动相。分析过程中,部分峰有拖尾现象,故改换水相为 0.1% 磷酸水,有效地缓解了色谱峰拖尾现象。

考察不同柱温(25,30,35 ℃),不同进样量(10,20 μL),在保证各色谱峰分离度的前提下,尽量缩短分析时间,确定最终条件为乙腈-0.1% 磷酸水溶液梯度洗脱,柱温 30 ℃,进样量 20 μL。

3.2 吸收波长的选择 对三子散提取液进行全波长扫描,发现没食子酸的最大吸收波长为 271 nm,环烯醚萜苷类化合物(羟异栀子苷、京尼平龙胆二糖苷、栀子苷)的最大吸收波长为 240 nm 附近,绿原酸的最大吸收波长为 330 nm,西红花苷类化合物(西红花苷-I,西红花苷-II)的最大吸收波长为 440 nm,为兼顾各待测成分的最大吸收波长,减少相对校正因子建立过程中的误差,采用波长的时间梯度,保证每个待测成分峰都以其最大吸收波长被检测。

本文建立了以一测多评法测定三子散中不同药材、不同类型成分含量的方法,建立了各待测成分相对于内参物栀子苷的校正因子,通过不同仪器及不同色谱柱验证表明其耐用性良好。用相对保留时间法进行各待测成分色谱峰的定位。通过 *t* 检验对外标法与一测多评法所测结果比较,两者无显著性差异,说明在对照品缺乏的情况下,一测多评法作为多指标含量测定方法的一种补充,实现对三子散不同药材、不同类成分的含量测定是准确可行的,可用于对三子散的质量控制与评价,也为中蒙古代药学的现代

化研究和质量控制开辟了思路和方法。

[参考文献]

- [1] 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.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:489-490.
- [3] 乌日娜,段妍. 传统蒙药三子散新解[J]. 内蒙古医学杂志,2010,42(4):44-46.
- [4] 顾学箕主编. 中国医学百科全书·蒙医学[M]. 上海:上海科学技术出版社,1992:240.
- [5] 温爱平,王烈群,新燕. 三子胶囊的定性定量方法研究[J]. 中国中药杂志,2004,29(12):1203-1204.
- [6] 白玉霞,齐日麦图,梁建存. 反相高效液相色谱法测定蒙药三子汤中栀子苷的含量[J]. 中国现代应用药学杂志,2007,24(2):149-150.
- [7] 贺承山,刘峰群,袁海龙,等. 高效液相色谱法测定三子散中栀子苷的含量[J]. 解放军药学报,2001,17(2):104-105.
- [8] 王志朝,丁志民,张孟佑,等. 三子胶囊的制备及质量标准研究[J]. 中国药房,2007,18(9):665-666.
- [9] 莫舒,张洪敏,韩馥蔓,等. “一测多评”法同时测定祛瘀化痰通脉颗粒中 12 种指标成分[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(22):182-187.
- [10] 窦志华,乔进,卞理,等. 指纹图谱与一测多评法相结合的大黄质量控制方法[J]. 中国药学杂志,2015,50(5):442-448.
- [11] 黄帅,马森,黄倩倩,等. 一测多评法同步测定柴胡药材中 3 种皂苷的含量[J]. 时珍国医国药,2010,21(4):838-840.
- [12] 何兵,刘艳,田吉,等. 指纹图谱结合一测多评模式在中药鱼腥草评价中的应用研究[J]. 中国中药杂志,2013,38(16):2682-2688.

[责任编辑 顾雪竹]