

中图分类号: R917; R927 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2024)10-0076-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.10.015



一测多评法测定冰川滴丸中6个成分含量*

侯丽慧¹, 王乐¹, 张宇¹, 韩文静¹, 李旭辰¹, 司云珊², 于秀华^{3Δ}

(1. 长春中医药大学, 吉林 长春 130117; 2. 吉林省中医药科学院, 吉林 长春 130000; 3. 长春中医药大学附属医院, 吉林 长春 130021)

摘要:目的 建立同时测定冰川滴丸中6个成分含量的一测多评法。方法 色谱柱为 Waters Symmetry C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.5%冰醋酸溶液(梯度洗脱), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 285 nm(肉桂酸)、330 nm(阿魏酸和蒙本内酯)、430 nm(姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素), 进样量为 10 μL。以肉桂酸为内参物, 计算阿魏酸、蒙本内酯、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素的相对校正因子, 并与外标法含量测定结果进行比较。结果 阿魏酸、蒙本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素的进样量分别在 0.025 86~0.142 8 μg、0.275 2~2.752 μg、0.045 4~0.454 μg、0.178 8~1.788 μg、0.063 6~0.636 μg、0.057 2~0.572 μg 范围内与峰面积积分值线性关系良好($R^2=0.999 9, n=6$); 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 3.0%($n=6$); 平均加样回收率分别为 96.85%, 99.54%, 99.75%, 99.34%, 98.65%, 100.44%, RSD 分别为 1.38%, 2.32%, 2.82%, 2.56%, 2.91%, 1.46%($n=6$)。相对校正因子分别为 0.177 5, 0.225 6, 0.711 2, 0.903 5, 1.033 6。各成分一测多评法的含量测定结果与外标法接近。结论 该方法操作简便、结果准确、重复性好, 可用于同时测定冰川滴丸制剂中6个成分的含量。

关键词: 冰川滴丸; 一测多评法; 高效液相色谱法; 含量测定

Content Determination of Six Components in Bingchuan Dropping Pills by QAMS

HOU Lihui¹, WANG Le¹, ZHANG Yu¹, HAN Wenjing¹, LI Xuchen¹, SI Yunshan², YU Xiuhua³

(1. Changchun University of Traditional Chinese Medicine, Changchun, Jilin, China 130117; 2. Academy of Chinese Medicine of Jilin Province, Changchun, Jilin, China 130000; 3. Affiliated Hospital of Changchun University of Traditional Chinese Medicine, Changchun, Jilin, China 130021)

Abstract: Objective To establish a quantitative analysis of multi-components with a single-marker (QAMS) method for the simultaneous determination of six components in Bingchuan Dropping Pills. **Methods** The chromatographic column was the Waters Symmetry C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.5% glacial acetic acid solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelengths were 285 nm (cinnamic acid), 330 nm (ferulic acid, ligustrolactone) and 430 nm (curcumin, demethoxy curcumin, bis-demethoxy curcumin), and the injection volume was 10 μL. With cinnamic acid as the internal reference, the relative correction factors (RCFs) of ferulic acid, ligustrolactone, curcumin, demethoxy curcumin and bis-demethoxy curcumin were calculated, and the content determination was compared with that by the external standard method. **Results** The linear ranges of ferulic acid, ligustrolactone, cinnamic acid, curcumin, demethoxy curcumin, and bis-demethoxy curcumin were 0.025 86-0.142 8 μg, 0.275 2-2.752 μg, 0.045 4-0.454 μg, 0.178 8-1.788 μg,

*基金项目: 吉林省科技发展计划项目[201603044YY]。

第一作者: 侯丽慧, 女, 在读硕士研究生, 研究方向为中药分析与检验方法, (电子信箱)1587299508@qq.com。

Δ通信作者: 于秀华, 女, 博士研究生, 研究员, 研究方向为中药活性物质, (电子信箱)yu0316chen@163.com。

prognostic and predictive significance [J]. Virchows Archiv, 2014, 465(1): 25-33.

[8] HANADA K, YAMAOKA Y. Genetic battle between Helicobacter pylori, and humans. The mechanism underlying homologous recombination in bacteria, which can infect human cells [J]. Microbes Infect, 2014, 16(10): 833-839.

[9] CONTEDEUCA V, SANSONNO D, LAULETTA G, et al. Pylori infection and gastric cancer: state of the art [J]. Int J Oncol, 2013, 42(1): 5-18.

[10] SERELLI - LEE V, LING KL, HO C, et al. Persistent Helicobacter pylori specific Th17 responses in patients with past H. pylori infection are associated with elevated gastric mucosal IL-1β [J]. PLoS One, 2012, 7(6): e39199.

[11] 田华, 黄毓娟. 蒲公英多糖对幽门螺杆菌相关性胃炎大鼠胃黏膜炎症反应及 MAPK/ERK 通路的影响 [J]. 现代中西医结合杂志, 2019, 28(35): 3877-3880.

[12] 苗明三, 孙玉信, 王晓田. 中药大辞典 [M]. 太原: 山西科学技术出版社, 2017: 564.

[13] 陈亦人. 伤寒论译释 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1992: 545.

[14] 李震, 宋慧平, 张浩, 等. 小建中汤配伍不同糖类方对胃溃疡模型小鼠预防的比较研究 [J]. 山东中医药大学学报, 2016, 40(6): 573-575.

[15] LUO JC, PENG YL, CHEN TS, et al. Clopidogrel inhibits angiogenesis of gastric ulcer healing via downregulation of vascular endothelial growth factor receptor 2 [J]. Journal of the Formosan Medical Association, 2016, 115(9): 764-772.

(收稿日期: 2023-08-14; 修回日期: 2023-12-11)

0.063 6 - 0.636 μg , 0.057 2 - 0.572 μg ($R^2 = 0.999 9, n = 6$) respectively. The *RSDs* of precision, stability and repeatability tests were all lower than 3.0% ($n = 6$). The average recovery rates of the above six components were 96.85%, 99.54%, 99.75%, 99.34%, 98.65%, 100.44% with *RSDs* of 1.38%, 2.32%, 2.82%, 2.56%, 2.91%, 1.46% ($n = 6$) respectively. The relative correction factors of the above five components were 0.177 5, 0.225 6, 0.711 2, 0.903 5, 1.033 6 respectively. The result of content determination by the QAMS method for each component was similar to that of by the external standard method.

Conclusion This method is easy, accurate and repeatable, which can be used for the simultaneous determination of six components in Bingchuan Dripping Pills.

Key words: Bingchuan Dripping Pills; QAMS; HPLC; content determination

冰川滴丸是长春中医药大学附属医院的医院制剂,由当归、桂枝、姜黄、冰片等中药材组方,具有祛瘀止痛作用。方中,当归主要活性成分为阿魏酸、欧当归内酯、藁本内酯等^[1];桂枝中的肉桂酸具有扩张血管、促进发汗的作用,桂皮醛具有良好的体内、体外抗肿瘤效果^[2];姜黄的姜黄素具有抗氧化、抗炎、抗肿瘤、抗糖尿病等作用^[3],去甲姜黄素、双去甲姜黄素具有抗炎、抗氧化等作用^[4];其他活性成分如龙脑具有抗感染、抗炎等作用^[5]。中药复方制剂通常含有多种有效成分或活性成分,制订质量标准时所需对照品较多,制剂投入生产后会增加企业经济负担。一测多评(QAMS)法可选用经济、稳定的化合物作为内参物,同时测定制剂中多个有效成分的含量^[6],节约检测成本与时间。为此,本研究中建立了同时测定冰川滴丸中6个成分含量的QAMS法,并与外标法含量测定结果进行比较。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

LC-20AT型高效液相色谱仪(日本Shimadzu公司);KQ5200DA型数控超声波清洗器(昆山舒美超声仪器有限公司);Sartorius BT 125D型电子天平(德国Sartorius集团,精度为0.1 mg);RE-52AA型旋转蒸发器(上海振捷实验有限公司)。

1.2 试剂

冰川滴丸(长春中医药大学附属医院医院制剂)。肉桂酸对照品(批号为110786-20050,含量98%),阿魏酸对照品(批号为0773-9910,含量98.5%),藁本内酯对照品(批号为111737-201305,含量98.5%),姜黄素对照品(批号为110823-201405,含量98%),双去甲姜黄素对照品(批号为112004-201501,含量98.5%),去甲姜黄素对照品(批号为112003-201501,含量98.5%),均购于中国食品药品检定研究院;乙腈、甲醇均为色谱纯,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

色谱柱:Waters Symmetry C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.5%冰醋酸溶液(B),梯度洗脱(程序见表1);流速:1.0 mL/min;检测波长:285 nm(肉桂酸)、330 nm(阿魏酸和藁本内酯)、430 nm(姜黄

表1 流动相梯度洗脱程序

Tab.1 Gradient elution program of the mobile phase

时间	流动相A(%)	时间	流动相A(%)	时间	流动相A(%)
0~10 min	20→30	35~43 min	40→44	60~70 min	60→20
10~30 min	30	43~50 min	44→48	70~75 min	20
30~35 min	30→40	50~60 min	48→60		

素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素);进样量:10 μL 。

2.2 溶液制备

取阿魏酸、藁本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素对照品各适量,精密称定,加甲醇制成每1 mL分别含上述相应物质7 μg 、0.14 mg、23 μg 、90 μg 、30 μg 、30 μg 的混合对照品溶液。取装量差异项下的样品适量,研细,取0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇30 mL,称定质量,超声处理(功率为250 W,频率为40 kHz)30 min,放冷至室温,再次称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。按处方工艺分别制备不含姜黄、桂枝、川芎的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

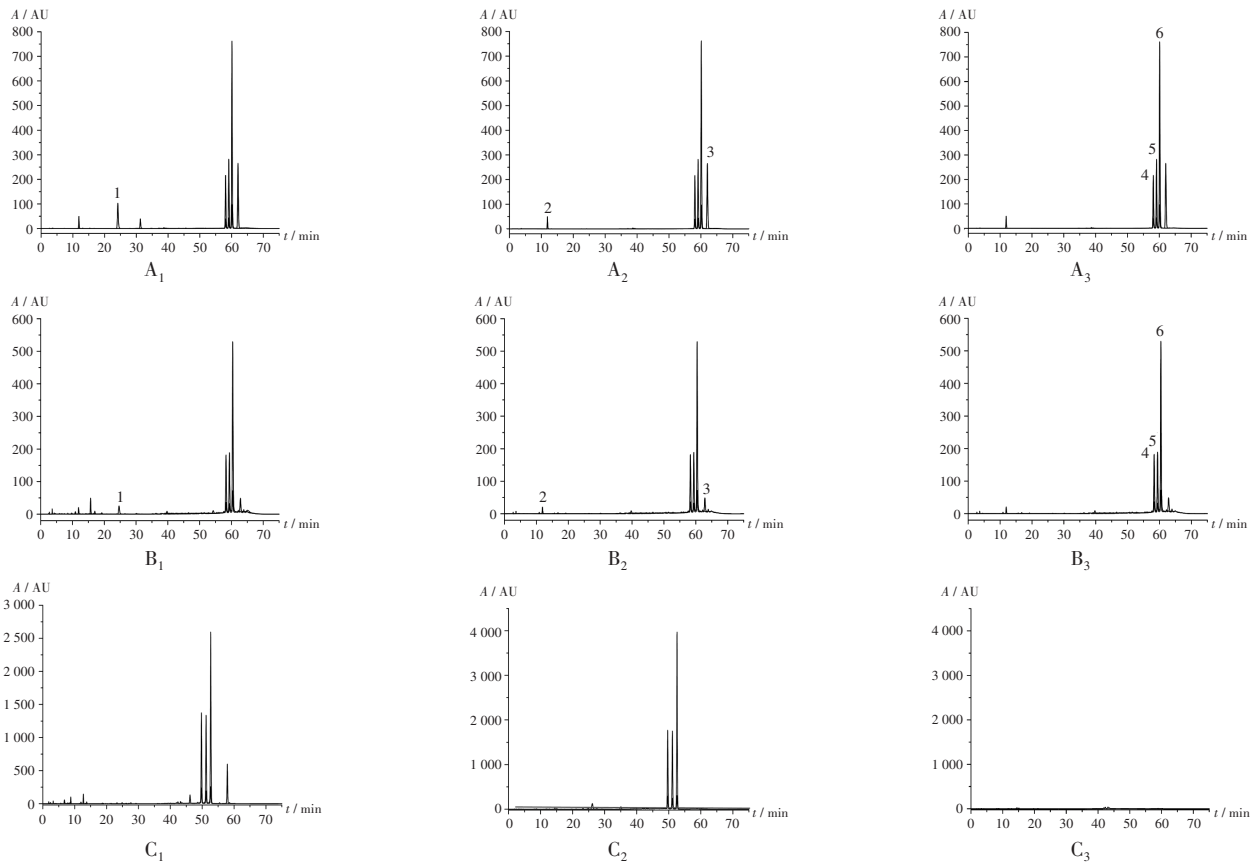
2.3 方法学考察

专属性试验:吸取2.2项下混合对照品溶液和阴性对照品溶液各适量,按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果阴性对照无干扰,表明方法专属性良好。详见图1。

线性关系考察:精密吸取2.2项下混合对照品溶液,加甲醇逐级稀释,得系列质量浓度的溶液,按2.1项下色谱条件进样测定,以待测成分的进样量($X, \mu\text{g}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表2。

精密度试验:精密吸取2.2项下混合对照品溶液适量,按2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果阿魏酸、藁本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素峰面积的*RSD*分别为0.59%,1.25%,0.38%,0.85%,1.48%,1.24%($n = 6$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取样品适量,精密称定,按2.2项下方法制备供试品溶液,室温下分别于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、藁本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜



1. 肉桂酸 2. 阿魏酸 3. 藜本内酯 4. 双去甲姜黄素 5. 去甲姜黄素 6. 姜黄素

A₁ - A₃. 混合对照品溶液(285,330,430 nm) B₁ - B₃. 供试品溶液(285,330,430 nm) C₁ - C₃. 阴性对照品溶液(285,330,430 nm)

图1 高效液相色谱图

1. Cinnamic acid 2. Ferulic acid 3. Ligustrolactone 4. Bis - demethoxy curcumin 5. Demethoxy curcumin 6. Curcumin

A₁ - A₃. Mixed reference solution (285,330,430 nm) B₁ - B₃. Test solution (285,330,430 nm) C₁ - C₃. Negative reference solution (285,330,430 nm)

Fig. 1 HPLC chromatograms

表2 线性关系考察结果(n=6)

Tab. 2 Results of the linear relation test (n=6)

待测成分	回归方程	R ²	线性范围(μg)
阿魏酸	$Y_1 = 6\,092\,417.34 X_1 + 2\,809.79$	0.999 9	0.025 86~0.142 8
藜本内酯	$Y_2 = 2\,663\,747.02 X_2 + 411\,172.07$	0.999 9	0.275 2~2.752
肉桂酸	$Y_3 = 9\,392\,291.37 X_3 - 3\,461.64$	0.999 9	0.045 4~0.454
姜黄素	$Y_4 = 3\,085\,081.70 X_4 - 33\,868.17$	0.999 9	0.178 8~1.788
去甲姜黄素	$Y_5 = 10\,803\,683.29 X_5 + 58\,118.39$	0.999 9	0.063 6~0.636
双去甲姜黄素	$Y_6 = 31\,918\,068.39 X_6 + 130\,860.85$	0.999 9	0.057 2~0.572

黄素峰面积的RSD分别为2.66%, 0.59%, 0.65%, 1.69%, 0.87%, 0.73%(n=6),表明供试品溶液室温下放置24 h内稳定性良好。

重复性试验:取样品适量,精密称定,按2.2项下方法制备供试品溶液6份,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果阿魏酸、藜本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素含量的RSD分别为2.61%, 1.10%, 2.50%, 0.40%, 0.77%, 1.04%(n=6),表明方法重复性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品0.25 g(分别含

阿魏酸、藜本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素0.405 9, 7.510 4, 1.083 8, 4.529 7, 1.616 2, 1.476 5 mg/g),精密称定,加入一定质量浓度的混合对照品溶液适量,按2.2项下方法制备供试品溶液,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算回收率。结果阿魏酸、藜本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素的平均回收率分别为96.85%, 99.54%, 99.75%, 99.34%, 98.65%, 100.44%, RSD分别为1.38%, 2.32%, 2.82%, 2.56%, 2.91%, 1.46%(n=6)。

2.4 相对校正因子(RCF)确定^[7-11]

精密吸取2.2项下混合对照品溶液2, 5, 10, 15, 20, 25 μL,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,以肉桂酸为内参物,按公式计算阿魏酸、藜本内酯、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素的RCF($f_{k/s}$)。 $f_{k/s} = f_k / f_s = (C_k \times A_s) / (C_s \times A_k)$ 。式中, C_k 为其他目标组分的质量浓度, A_s 为内参物峰面积, C_s 为内参物的质量浓度, A_k 为其他目标组分峰面积。结果见表3。

2.5 耐用性试验

取2.2项下混合对照品溶液适量,分别改变色谱柱

表3 5个成分以肉桂酸为内参物的相对校正因子

Tab. 3 RCFs of five components with cinnamic acid as the internal reference

序号	阿魏酸	藜本内酯	姜黄素	去甲姜黄素	双去甲姜黄素
1	0.177 3	0.225 6	0.708 1	0.900 2	1.032 3
2	0.177 8	0.224 6	0.728 5	0.930 4	1.050 4
3	0.177 3	0.231 4	0.708 0	0.898 7	1.033 3
4	0.176 9	0.224 0	0.708 8	0.897 4	1.030 0
5	0.177 2	0.224 0	0.706 9	0.896 9	1.027 2
6	0.178 7	0.224 0	0.706 8	0.897 3	1.028 5
\bar{X}	0.177 5	0.225 6	0.711 2	0.903 5	1.033 6
RSD(%)	0.39	1.29	1.20	1.47	0.83

WondaSil C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)的型号(C/N 5020 - 39203、S/N 1G3701 - 04, C/N 5020 - 39203、S/N 1F3701 - 06),流速(1.0, 1.1, 1.2 mL/min),色谱仪型号(Shimadzu LC - 20AT型, Shimadzu 2030plus型),其余色谱条件同2.1项下,进样测定,以肉桂酸峰为参照峰,计算5个成分的RCF。结果见表4。

2.6 含量测定结果比较

分别采用外标法和QAMS法测定阿魏酸、藜本内

表4 不同型号色谱柱、色谱仪和流速对相对校正因子的影响

Tab. 4 Effects of different types of chromatographic columns, chromatographic instruments and flow rates on the RCFs

色谱条件		阿魏酸	藜本内酯	双去甲姜黄素	去甲姜黄素	姜黄素
色谱柱型号	C/N 5020 - 39203, S/N 1G3701 - 04	1.477 2	0.174 2	0.081 5	0.098 1	1.001 4
	C/N 5020 - 39203, S/N 1F3701 - 06	1.485 0	0.169 6	0.084 0	0.096 1	1.001 7
	\bar{X}	1.481 1	0.171 9	0.082 8	0.097 1	1.001 6
	RSD(%)	0.37	1.89	2.14	1.46	0.02
流速	1.0 mL/min	1.485 0	0.168 7	0.084 0	0.096 1	0.992 7
	1.1 mL/min	1.478 1	0.178 1	0.081 7	0.099 4	0.960 6
	1.2 mL/min	1.475 9	0.176 5	0.081 2	0.099 6	0.958 9
	\bar{X}	1.479 7	0.174 4	0.082 3	0.098 4	0.970 7
色谱仪型号	RSD(%)	0.32	2.88	1.81	2.00	1.96
	Shimadzu LC - 20AT型	1.450 1	0.175 5	0.085 8	0.099 8	0.995 0
	Shimadzu 2030plus型	1.485 0	0.169 6	0.084 0	0.096 1	0.992 7
	\bar{X}	1.467 6	0.172 6	0.084 9	0.098 0	0.993 8
RSD(%)	1.68	2.42	1.50	2.67	0.16	

酯、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素的含量,并比较2种方法的测定结果。结果2种方法测得含量相近,表明各待测成分的RCF可靠,本研究中建立的QAMS法的准确度较高。详见表5。

表5 外标法和一测多评法含量测定结果(%)

Tab. 5 Results of content determination by the external standard method and QAMS method(%)

编号	阿魏酸		藜本内酯		双去甲姜黄素		去甲姜黄素		姜黄素	
	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法
1-1	0.075 1	0.075 0	0.820 7	0.783 7	0.146 5	0.144 4	0.145 0	0.141 0	0.502 2	0.490 1
1-2	0.075 0	0.073 8	0.819 5	0.821 6	0.146 2	0.146 3	0.144 8	0.145 3	0.501 5	0.501 4
2-1	0.072 7	0.072 5	0.843 2	0.805 2	0.149 4	0.147 3	0.145 6	0.141 7	0.567 9	0.554 2
2-2	0.072 6	0.071 4	0.842 0	0.844 1	0.149 2	0.149 3	0.145 4	0.145 9	0.567 1	0.567 0
3-1	0.073 0	0.072 8	0.824 5	0.787 4	0.145 3	0.143 2	0.141 9	0.138 1	0.493 6	0.481 8
3-2	0.072 9	0.071 7	0.823 4	0.825 5	0.145 1	0.145 1	0.141 7	0.142 2	0.492 9	0.492 9
4-1	0.070 3	0.070 2	0.782 0	0.746 8	0.147 3	0.145 2	0.143 8	0.139 8	0.502 0	0.489 9
4-2	0.070 2	0.069 1	0.780 9	0.782 9	0.147 1	0.147 1	0.143 6	0.144 0	0.501 2	0.501 2
5-1	0.069 1	0.068 9	0.808 0	0.771 6	0.152 1	0.150 0	0.149 4	0.145 3	0.593 2	0.579 0
5-2	0.069 0	0.067 9	0.806 8	0.808 8	0.151 9	0.151 9	0.149 2	0.149 7	0.592 4	0.592 3
6-1	0.070 9	0.070 7	0.811 9	0.775 4	0.151 5	0.149 4	0.149 9	0.145 9	0.443 7	0.433 0
6-2	0.070 8	0.069 7	0.810 8	0.812 8	0.151 3	0.151 3	0.149 7	0.150 2	0.443 0	0.443 0
7-1	0.073 2	0.073 0	0.837 1	0.799 4	0.154 5	0.152 4	0.153 4	0.149 2	0.456 4	0.445 4
7-2	0.073 1	0.071 9	0.835 9	0.838 0	0.154 3	0.154 4	0.153 1	0.153 7	0.455 7	0.455 7
8-1	0.073 9	0.073 8	0.843 0	0.805 0	0.157 3	0.155 0	0.155 4	0.151 1	0.460 2	0.449 2
8-2	0.073 8	0.072 7	0.841 8	0.843 9	0.157 0	0.157 1	0.155 1	0.155 7	0.459 6	0.459 5
9-1	0.073 3	0.073 1	0.835 8	0.798 2	0.152 7	0.150 5	0.151 9	0.147 8	0.449 8	0.439 0
9-2	0.073 2	0.072 0	0.834 6	0.836 7	0.152 5	0.152 5	0.151 7	0.152 2	0.449 2	0.449 1
10-1	0.073 0	0.072 8	0.845 0	0.807 0	0.153 3	0.151 1	0.153 4	0.149 2	0.454 2	0.443 3
10-2	0.072 8	0.071 7	0.843 8	0.845 9	0.153 1	0.153 1	0.153 2	0.153 7	0.453 6	0.453 5
11-1	0.074 3	0.074 1	0.850 9	0.812 6	0.154 8	0.152 7	0.155 0	0.150 8	0.459 4	0.448 4
11-2	0.074 2	0.073 0	0.849 7	0.851 8	0.154 6	0.154 6	0.154 8	0.155 3	0.458 8	0.458 7

续表5 外标法和一测多评法含量测定结果(%)

Continued Tab. 5 Results of content determination by the external standard method and QAMS method(%)

编号	阿魏酸		藁本内酯		双去甲姜黄素		去甲姜黄素		姜黄素	
	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法
12-1	0.074 1	0.073 9	0.851 5	0.813 1	0.154 0	0.151 8	0.154 8	0.150 6	0.458 0	0.447 0
12-2	0.073 9	0.072 8	0.850 2	0.852 4	0.153 8	0.153 8	0.154 5	0.155 1	0.457 3	0.457 3
13-1	0.075 2	0.075 1	0.906 7	0.865 8	0.155 4	0.153 2	0.155 4	0.151 2	0.461 0	0.450 0
13-2	0.075 1	0.073 9	0.905 4	0.907 7	0.155 2	0.155 2	0.155 2	0.155 7	0.460 4	0.460 3
14-1	0.075 7	0.075 5	0.855 3	0.816 8	0.153 8	0.151 7	0.154 5	0.150 3	0.461 2	0.450 1
14-1	0.075 6	0.074 4	0.854 1	0.856 2	0.153 6	0.153 7	0.154 3	0.154 8	0.460 5	0.460 5
15-1	0.072 8	0.072 7	0.824 3	0.788 3	0.148 3	0.146 4	0.148 9	0.145 0	0.599 5	0.586 0
15-2	0.072 9	0.071 6	0.825 5	0.826 4	0.148 5	0.148 3	0.149 1	0.149 4	0.600 4	0.599 5
16-1	0.074 7	0.074 7	0.837 0	0.800 5	0.151 3	0.149 4	0.151 9	0.147 9	0.615 1	0.601 2
16-2	0.074 8	0.073 5	0.838 2	0.839 1	0.151 6	0.151 4	0.152 1	0.152 4	0.616 0	0.615 0
17-1	0.072 9	0.072 8	0.837 7	0.801 1	0.139 8	0.138 0	0.137 0	0.133 5	0.440 0	0.430 1
17-2	0.073 0	0.071 7	0.838 9	0.839 8	0.140 0	0.139 8	0.137 2	0.137 5	0.440 6	0.440 0
18-1	0.074 6	0.074 5	0.845 8	0.808 8	0.153 9	0.151 9	0.155 1	0.151 1	0.621 7	0.607 7
18-2	0.074 7	0.073 4	0.847 0	0.847 9	0.154 1	0.153 9	0.155 3	0.155 6	0.622 6	0.621 7
19-1	0.072 1	0.072 1	0.825 5	0.789 5	0.149 0	0.147 1	0.149 5	0.145 6	0.445 3	0.435 2
19-2	0.072 2	0.071 0	0.826 7	0.827 6	0.149 2	0.149 0	0.149 7	0.150 0	0.445 9	0.445 2
20-1	0.072 0	0.071 9	0.881 0	0.842 6	0.149 1	0.147 2	0.150 1	0.146 2	0.443 9	0.433 9
20-2	0.072 1	0.070 9	0.882 3	0.883 3	0.149 3	0.149 1	0.150 3	0.150 6	0.444 6	0.443 9
\bar{X}	0.073 1	0.072 5	0.838 1	0.820 3	0.150 9	0.149 9	0.150 0	0.148 3	0.496 3	0.490 3

3 讨论

3.1 含量测定方法选择

中药及其制剂的化学成分复杂,单一指标难以控制其质量。多指标质量控制方法能较好地评价中药及其制剂的质量,但有对照品短缺和检测成本高等缺点。QAMS法可同时测定中药及其制剂中所含多个组分,只需测定1个相对便宜、易得到的有效成分,就可同时测定多个成分的含量,操作成本低、简便、快捷。另外,QAMS法既能用于同类型成分中药的质量控制,也能用于紫外吸收相近的不同类型成分中药的质量控制,是中药多成分质量评价模式的发展方向。故本研究中选择QAMS法测定冰川滴丸中6个成分的含量。

3.2 检测波长选择

取阿魏酸、藁本内酯、肉桂酸、姜黄素、去甲姜黄素、双去甲姜黄素的甲醇溶液,于200~800 nm波长范围内进行扫描,发现各成分分别在不同波长处有最大吸收。根据前期试验结果拟订本研究中所选多个检测波长。

3.3 内参物选择

在285 nm波长下,肉桂酸的色谱峰峰形较好,且保留时间居中,与其他5个成分的分离度较高。样品中其含量适中,价格低廉,易获得,故选择肉桂酸作为内参物。

3.4 方法评价

本研究中建立的方法操作简便、结果准确、重复性

好,可用于同时测定冰川滴丸中6个成分的含量。

参考文献

- [1] 董培良,李慧,韩华. 当归及其药对的研究进展[J]. 中医药信息,2019,36(2):127-130.
- [2] 许源,宿树兰,王团结,等. 桂枝的化学成分与药理活性研究进展[J]. 中药材,2013,36(4):674-678.
- [3] 魏雨菲,于海川,刘雪玲,等. 姜黄主要化学成分及药理作用研究进展[J]. 新乡医学院学报,2020,37(10):990-995.
- [4] 王丹妮. 姜黄素及双去甲氧基姜黄素对溃疡性结肠炎的肠粘膜保护作用及机制研究[D]. 长春:吉林大学,2020.
- [5] 张历元,李元文,林欢儿,等. 中药冰片的商品种类与现代药理学研究进展[J]. 世界中医药,2018,13(4):1025-1029.
- [6] 秦建平,吴建雄,李家春,等. 散结镇痛胶囊中酚酸类成分的指纹图谱研究和多指标成分定量测定[J]. 中草药,2014,45(1):59-63.
- [7] 薛艳丽,姜朝晖,薛小琦,等. 一测多评法同时测定感冒舒颗粒中10个成分的含量[J]. 中药材,2021,44(11):2636-2640.
- [8] 李晓敏,梁淑明,陈菊英. 一测多评法测定线叶金雀花及其制品中3种黄酮类成分的含量[J]. 食品工业科技,2022,43(10):279-287.
- [9] 王协和,顾超,周雁玲,等. 基于指纹图谱及一测多评法的莲子心质量评价研究[J]. 中药材,2020,43(10):2493-2498.
- [10] 季正栋,苏丹,唐丽丹,等. 一测多评法同时测定克感额日敦片中9种成分[J]. 中成药,2020,42(10):2570-2575.
- [11] 梁启超. 中药颗粒剂研究进展与应用前景分析[J]. 中外女性健康研究,2019(7):27-28.

(收稿日期:2023-04-11;修回日期:2023-12-23)