

中图分类号: R932; R284.1; R286.0
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2025.19.014

文献标志码: A

文章编号: 1006-4931(2025)19-0076-05



一测多评法同时测定益气安神胶囊中4种成分含量*

张瑞堂, 王 琮, 李 炆, 陈威龙

(甘肃省第二人民医院, 甘肃 兰州 730000)

摘要:目的 建立同时测定益气安神胶囊中木香炔内酯、阿魏酸、远志吡啶Ⅲ、去氢木香内酯含量的一测多评(QAMS)法。方法 采用高效液相色谱法测定含量, 色谱柱为 Agilent Zorbax SB-C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇-0.2% 磷酸水溶液(梯度洗脱), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 216 nm, 柱温为 30℃, 进样量为 10 μL。以木香炔内酯为参照物, 建立木香炔内酯与阿魏酸、远志吡啶Ⅲ、去氢木香内酯的相对校正因子($f_{s/k}$), 测定益气安神胶囊中4种成分的含量, 并通过相对误差评价 QAMS 法与外标法测定结果的差异, 验证其测定结果的准确性。结果 木香炔内酯、阿魏酸、远志吡啶Ⅲ、去氢木香内酯的质量浓度分别在 2.76~16.56 μg/mL、1.71~10.21 μg/mL、1.65~9.91 μg/mL、1.85~11.10 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r \geq 0.9992, n=5$); 上述4种成分精密性、重复性、稳定性试验结果的 RSD 均小于 2.0%; 平均回收率分别为 99.43%, 99.78%, 100.94%, 101.05%, RSD 分别为 1.60%, 1.34%, 2.13%, 2.85% ($n=6$)。QAMS 法测定结果与外标法测定结果的相对误差均小于 1%, 无显著差异。结论 所建立的 QAMS 法操作简便、结果准确、重复性好, 可用于同时测定益气安神胶囊中4种成分的含量。

关键词: 益气安神胶囊; 一测多评法; 阿魏酸; 远志吡啶Ⅲ; 木香炔内酯; 去氢木香内酯; 含量测定

Simultaneous Determination of Four Components in Yiqi Anshen Capsules by QAMS

ZHANG Ruitang, WANG Qiong, LI Yang, CHEN Weilong

(The Second People's Hospital of Gansu Province, Lanzhou, Gansu, China 730000)

Abstract: Objective To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) for simultaneous determination of costunolide, ferulic acid, polygalaxanthone III and dethydrocostus lactone in Yiqi Anshen Capsules. **Methods** High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used for the content determination, the chromatographic column was Agilent Zorbax SB-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was methanol-0.2% phosphoric acid aqueous solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 216 nm, the column temperature was 30℃, and the injection volume was 10 μL. With costunolide as the internal reference substance, the relative correction factors ($f_{s/k}$) of ferulic acid, polygalaxanthone III, and dethydrocostus lactone to costunolide were established, and the contents of the four components in Yiqi Anshen Capsules were determined. The accuracy of the determination result was verified by evaluating the relative error between the result determined by the QAMS and that determined by the external standard method (ESM). **Results** The linear ranges of costunolide, ferulic acid, polygalaxanthone III, and dethydrocostus lactone were 2.76-16.56 μg/mL, 1.71-10.21 μg/mL, 1.65-9.91 μg/mL, and 1.85-11.10 μg/mL ($r \geq 0.9992, n=5$), respectively. The RSDs of the precision, repeatability, and stability tests for the above four components were all lower than 2.0%. The average recoveries of the above four components were 99.43%, 99.78%, 100.94%, and 101.05%, with RSDs of 1.60%, 1.34%, 2.13%, and 2.85% ($n=6$), respectively. The relative error between the result determined by the QAMS and that determined by the ESM was lower than 1%, with no significant difference. **Conclusion** The established QAMS method is simple, accurate with good reproducibility, which can be used for the simultaneously determination of four components in Yiqi Anshen Capsules.

Key words: Yiqi Anshen Capsules; QAMS; ferulic acid; polygalaxanthone III; costunolide; dethydrocostus lactone; content determination

益气安神胶囊为我院院内制剂, 由当归、蜜远志、木香、白术、黄芪、党参、茯苓、酸枣仁(炒)、炙甘草等中药组方, 具有健脾养血、安神醒脑功效, 用于治疗心律失常、心力衰竭、心悸、怔忡、心脾两虚、夜不能寐等症^[1]。方中当归补血养心, 主要活性成分有阿魏酸^[2]; 远志安神益智、祛痰开窍^[3], 主要活性成分有细叶远志皂苷、远志吡啶Ⅲ^[4]; 木香辛香而散、理气醒脾, 主要活性成分有木香炔内酯、去氢木香内酯^[5-6]。

益气安神胶囊原质量标准中无含量测定项, 难以体现药品质量。为全面控制药品质量, 本研究中以木香炔内酯为参照物, 通过试验确定木香炔内酯与阿魏酸、远志吡啶Ⅲ、去氢木香内酯的相对校正因子($f_{s/k}$), 并利用 $f_{s/k}$ 计算阿魏酸、远志吡啶Ⅲ、去氢木香内酯的含量, 并与外标(ESM)法测定结果比较, 以验证一测多评(QAMS)法^[7-15]的可行性和准确性。现报道如下。

*基金项目: 甘肃省兰州市科技发展指导性计划项目[2022-5-72]。

第一作者: 张瑞堂, 男, 硕士, 主管药师, 研究方向为药物分析, (电子信箱)bnm1258@163.com。

1 仪器与试药

1.1 仪器

EClassica 3200 型高效液相色谱仪(伊利特 < 大连 > 分析仪器有限公司),配有 EClassica D3200 型二极管阵列检测器(PDA);Waters e2695 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司),配有 Waters 2998 型 PDA;Agilent 1100 型高效液相色谱仪(安捷伦科技 < 中国 > 有限公司),配有 Agilent 1100 型 PDA;JY2002 型电子天平(上海精密科学仪器有限公司,精度为百分之一);ALC-210.4 型电子天平(德国 Sartorius 公司,精度为十万分之一);RE52CS 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂);SHZ-D(Ⅲ)型循环水式真空泵(天津华鑫仪器厂);AP-9925 型真空泵(天津奥特赛恩斯仪器有限公司);B1210E-MT 型超声波清洗仪(美国 Branson 公司,功率为 80 W,频率为 60 kHz);HH-S26S 型数显恒温水浴锅(金坛市大地自动化仪器厂)。

1.2 试药

益气安神胶囊(批号分别为 202112001,202202001,202204001,202301002,202303003,202306003,规格为每粒 0.40 g);阴性样品(甘肃省第二人民医院制剂室自制);去氢木香内酯对照品(批号为 D22GB172194),阿魏酸对照品(批号为 G13S11L124423),木香炔内酯(批号为 O12HB197202),均购自上海源叶生物科技有限公司,纯度 $\geq 98\%$;远志吡啶酮Ⅲ对照品(上海笛柏科技有限公司,批号为 WC22,纯度为 99.5%);甲醇为色谱纯,水为娃哈哈纯净水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 高效液相色谱法测定含量

2.1.1 色谱条件

色谱柱:Agilent Zorbax SB-C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇(A)-0.2% 磷酸水溶液(B),梯度

洗脱(0~30 min 时 30%A, 30~40 min 时 30%A → 60%A, 40~80 min 时 60%A);流速:1.0 mL/min;检测波长:216 nm;柱温:30 °C;进样量:10 μL 。

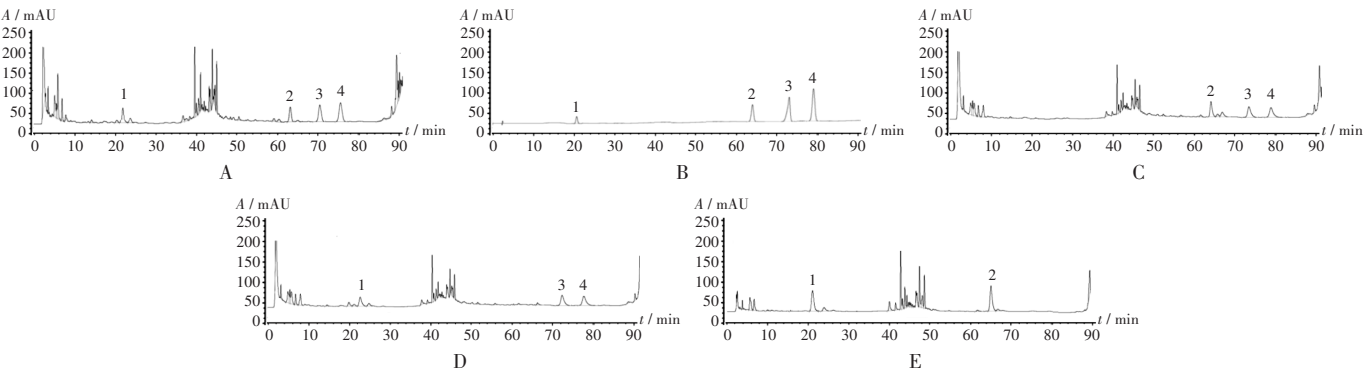
2.1.2 溶液制备

分别取木香炔内酯、阿魏酸、远志吡啶酮Ⅲ、去氢木香内酯对照品各适量,精密称定,置 10 mL 棕色容量瓶中,加 70% 甲醇溶液溶解并定容,即得木香炔内酯、阿魏酸、远志吡啶酮Ⅲ、去氢木香内酯质量浓度分别为 165.60, 102.06, 99.08, 111.02 $\mu\text{g/mL}$ 的混合对照品溶液。取益气安神胶囊内容物 5.00 g,精密称定,置 100 mL 具塞三角烧瓶中,加 70% 甲醇溶液 50 mL 溶解,超声(功率为 80 W,频率为 60 kHz)提取 30 min,放冷,再用 70% 甲醇溶液补足减少的量,摇匀,0.45 μm 有机滤膜滤过,即得供试品溶液。分别取缺当归、蜜远志、木香的阴性样品各适量,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

2.1.3 方法学考察

专属性试验:精密吸取 2.1.2 项下供试品溶液、混合对照品溶液、阴性对照品溶液各适量,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果木香炔内酯、阿魏酸、远志吡啶酮Ⅲ、去氢木香内酯的分离度较好,供试品溶液色谱中,在与混合对照品溶液色谱相同保留时间处有相应色谱峰出现,且阴性对照无干扰。色谱图见图 1。

线性关系考察:精密吸取 2.1.2 项下混合对照品溶液适量,加 70% 甲醇溶液稀释成每 1 mL 分别含木香炔内酯 2.76, 6.62, 9.94, 13.25, 16.56 μg , 阿魏酸 1.71, 4.08, 6.12, 8.17, 10.21 μg , 远志吡啶酮Ⅲ 1.65, 3.96, 5.95, 7.93, 9.91 μg , 去氢木香内酯 1.85, 4.44, 6.66, 8.88, 11.10 μg 的系列溶液,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,以进样质量浓度($X, \mu\text{g/mL}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表 1,表明各待测成分在各自质量浓度范围内与峰面积线性关系良好。



1. 阿魏酸 2. 远志吡啶酮Ⅲ 3. 木香炔内酯 4. 去氢木香内酯

A. 供试品溶液 B. 混合对照品溶液 C-E. 阴性对照品溶液(分别缺当归、蜜远志、木香)

图 1 高效液相色谱图

1. Ferulic acid 2. Polygalaxanthone Ⅲ 3. Costunolide 4. Dethydrocostus lactone

A. Test solution B. Mixed reference solution C-E. Negative reference solution (lacking Angelicae Sinensis Radix, Polygalae Radix, and Aucklandiae Radix, respectively)

Fig. 1 HPLC chromatograms

表 1 方法学考察结果
Tab. 1 Results of the methodology investigation

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围 (μg/mL)	RSD(%)			加样回收试验(%, <i>n</i> = 9)	
				精密度的试验	稳定性的试验	重复性的试验	平均回收率	RSD
木香炔内酯	<i>Y</i> = 0.207 7 <i>X</i> + 0.709 9	0.999 3	2.76 ~ 16.56	0.98	1.15	1.39	99.43	1.60
阿魏酸	<i>Y</i> = 1.238 9 <i>X</i> + 4.192 8	0.999 8	1.71 ~ 10.21	1.83	1.97	1.28	99.78	1.34
远志吡酮Ⅲ	<i>Y</i> = 1.394 3 <i>X</i> + 26.968 0	0.999 2	1.65 ~ 9.91	1.38	1.23	1.45	100.94	2.13
去氢木香内酯	<i>Y</i> = 0.606 6 <i>X</i> - 6.691 4	0.999 6	1.85 ~ 11.10	1.37	1.09	1.51	101.05	2.85

精密度的试验:精密吸取 2.1.2 项下混合对照品溶液 10 μL,按 2.1.1 项下色谱条件连续进样测定 6 次,记录峰面积。结果见表 1,表明仪器精密度的良好。

稳定性的试验:取样品(批号为 202301002)适量,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,分别于室温放置 0,2,4,6,8,10,12,24 h 时按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果见表 1,表明供试品溶液室温放置 24 h 内稳定性良好。

重复性的试验:取样品(批号为 202301002)适量,平行 6 份,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果见表 1,表明方法重复性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品(批号 202301002)适量,精密称定,平行 6 份,置具塞锥形瓶中,分别加入与样品含量相当的木香炔内酯、阿魏酸、远志吡酮Ⅲ、去氢木香内酯对照品各适量,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,并计算回收率。结果见表 1,表明方法准确性良好。

2.2 *f_{s/k}* 建立

2.2.1 影响因素考察

进样量:分别吸取 2.1.2 项下木香炔内酯、阿魏酸、远志吡酮Ⅲ、去氢木香内酯混合对照品溶液 1,3,5,7,9,11 μL,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积,采用多点校正法,以木香炔内酯为参照物,按公式 $f_{s/k} = f_s / f_k = (W_k A_s) / (W_s A_k)$ 分别计算阿魏酸、远志吡酮Ⅲ、去氢木香内酯的 $f_{s/k}$ 。式中, W_s 为内参物木香炔内酯的质量浓度, A_s 为内参物木香炔内酯的峰面积, W_k 为阿魏酸、远志吡酮Ⅲ、去氢木香内酯的质量浓度, A_k 为阿魏酸、远志吡酮Ⅲ、去氢木香内酯的峰面积。结果见表 2,表明不同进样量对 $f_{s/k}$ 均无显著影响。

高效液相色谱仪与色谱柱:吸取 2.1.2 项下混合对照品溶液适量,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,分别采用 EClassica 3200 型、Waters e2695 型、Agilent 1100 型 3 种品牌高效液相色谱仪,测定 EClassica Snpersil ODS 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), Agilent Zorbax SB - C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), Phenomenex C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 3 种色谱柱对 $f_{s/k}$ 的影响,并计算 RSD。结果见表 2,表明不同色谱仪和色谱柱对 $f_{s/k}$ 均无显著影响。

表 2 不同色谱条件对相对校正因子(*f_{s/k}*)的影响考察结果

Tab. 2 Effects of different chromatographic conditions on the relative correction factor (*f_{s/k}*)

影响因素		<i>f_s</i> (木香炔内酯/阿魏酸)	<i>f_s</i> (木香炔内酯/远志吡酮Ⅲ)	<i>f_s</i> (木香炔内酯/去氢木香内酯)
进样量	1 μL	0.684 9	0.968 2	1.112 2
	3 μL	0.654 2	0.982 5	1.075 8
	5 μL	0.647 7	0.953 4	1.082 5
	7 μL	0.623 7	0.926 7	1.135 5
	9 μL	0.638 9	0.943 3	1.117 8
	11 μL	0.675 2	0.962 8	1.065 4
	$\bar{X}$	0.654 1	0.956 2	1.098 2
	RSD(%)	3.48	2.05	2.51
色谱柱	Waters e2695 型 Agilent Zorbax SB - C ₁₈ 柱	0.646 5	0.952 4	1.089 6
	Phenomenex C ₁₈ 柱	0.679 2	0.932 3	1.102 4
	EClassica Snpersil ODS 柱	0.652 1	0.963 8	1.075 3
	Agilent 1100 型 Agilent Zorbax SB - C ₁₈ 柱	0.682 1	0.966 6	1.102 1
	Phenomenex C ₁₈ 柱	0.671 0	0.954 1	1.103 1
	EClassica Snpersil ODS 柱	0.623 8	0.941 7	1.088 9
	EClassica 3200 型 Agilent Zorbax SB - C ₁₈ 柱	0.642 9	0.984 9	1.105 3
	Phenomenex C ₁₈ 柱	0.667 2	0.966 5	1.088 5
	EClassica Snpersil ODS 柱	0.648 8	0.981 3	1.100 7
	$\bar{X}$	0.657 1	0.960 4	1.095 1
柱温	RSD(%)	2.91	1.79	0.92
	25 ℃	0.641 8	0.946 8	1.045 4
	30 ℃	0.658 3	0.982 8	1.088 3
	35 ℃	0.653 8	0.956 3	1.091 1
	$\bar{X}$	0.651 3	0.962 0	1.074 9
	RSD(%)	1.31	1.94	2.38
流速	0.9 mL/min	0.640 3	0.942 4	1.021 7
	1.0 mL/min	0.654 8	0.917 7	1.056 6
	1.1 mL/min	0.659 7	0.962 8	1.083 1
	$\bar{X}$	0.651 6	0.941 0	1.053 8
	RSD(%)	1.55	2.40	2.92
检测波长	214 nm	0.621 1	0.919 9	1.039 9
	216 nm	0.650 8	0.960 2	1.082 8
	218 nm	0.641 0	0.981 1	1.050 1
	$\bar{X}$	0.637 6	0.953 7	1.057 6
	RSD(%)	2.37	3.26	2.12

柱温:吸取 2.1.2 项下混合对照品溶液适量,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,考察 EClassica 3200 型

高效液相色谱仪和 Agilent Zorbax SB - C₁₈ 柱在不同柱温(25, 30, 35 °C)条件下对 $f_{s/k}$ 的影响,并计算 RSD 。结果见表 2,表明不同柱温对 $f_{s/k}$ 均无显著影响。

流速:吸取 2. 1. 2 项下混合对照品溶液适量,按 2. 1. 1 项下色谱条件进样测定,考察 EClassica 3200 型高效液相色谱仪和 Agilent Zorbax SB - C₁₈ 色谱柱在不同流速(0. 9, 1. 0, 1. 1 mL / min)条件下对 $f_{s/k}$ 的影响,并计算 RSD 。结果见表 2,表明不同样品对 $f_{s/k}$ 均无显著影响。

检测波长:吸取 2. 1. 2 项下混合对照品溶液适量,按 2. 1. 1 项下色谱条件进样测定,考察 EClassica 3200 型高效液相色谱仪和 Agilent Zorbax SB - C₁₈ 色谱柱在不同检测波长(214, 216, 218 nm)条件下对 $f_{s/k}$ 的影响,并计算 RSD 。结果见表 2,表明不同检测波长对 $f_{s/k}$ 均无显著影响。

2. 2. 2 待测组分色谱峰定位

吸取 2. 1. 2 项下混合对照品溶液适量,按 2. 2. 1 项下考察的不同色谱仪和色谱柱进样测定,以木香炔内酯为内参物,计算其与其他待测成分的相对保留时间($t_{s/k}$),定位待测成分,并计算 RSD 。结果见表 3,表明相对保留值法对待测成分的定位较合理。

表 3 不同色谱仪与色谱柱的待测成分相对保留时间($t_{s/k}$)
Tab. 3 Relative retention time ($t_{s/k}$) of test components by different chromatographs and columns

色谱仪	色谱柱	$t_{(木香炔内酯/阿魏酸)}$	$t_{(木香炔内酯/远志吡啶酮Ⅲ)}$	$t_{(木香炔内酯/去氢木香内酯)}$
Waters e2695 型	Agilent Zorbax SB - C ₁₈ 柱	3. 680 1	1. 184 9	0. 932 9
	Phenomenex C ₁₈ 柱	3. 520 8	1. 152 8	0. 902 2
	EClassica Snpersil ODS 柱	3. 731 1	1. 168 2	0. 915 8
Agilent 1100 型	Agilent Zorbax SB - C ₁₈ 柱	3. 659 1	1. 152 7	0. 913 7
	Phenomenex C ₁₈ 柱	3. 842 8	1. 135 5	0. 927 6
	EClassica Snpersil ODS 柱	3. 601 1	1. 081 7	0. 901 1
EClassica 3200 型	Agilent Zorbax SB - C ₁₈ 柱	3. 689 0	1. 200 4	0. 930 8
	Phenomenex C ₁₈ 柱	3. 605 2	1. 130 6	0. 906 5
	EClassica Snpersil ODS 柱	3. 641 9	1. 162 7	0. 910 3
$\bar{x}$		3. 663 5	1. 152 2	0. 915 7
$RSD(\%)$		2. 48	2. 99	1. 33

2. 3 QAMS 法与 ESM 法测定结果比较

取 6 批样品(批号分别为 202112001, 202202001, 202204001, 202301002, 202303003, 202306003),按 2. 1. 2 项下方法制备供试品溶液,按 2. 1. 1 项下色谱条件进样测定,记录阿魏酸、远志吡啶酮Ⅲ、木香炔内酯、去氢木香内酯的峰面积,采用 QAMS 法建立木香炔内酯与阿魏酸、远志吡啶酮Ⅲ、去氢木香内酯的 $f_{s/k}$,并测定各成分的含量,另采用 ESM 法测定各成分的含量,并以相对误差(RE)进行评价,验证 QAMS 法测定结果的准确性。结果 2 种方法测定各成分含量的相对误差均 < 1%,无显著差异,表明建立的 QAMS 法可用于益气安神胶囊的含量测定。详见表 4。

表 4 QAMS 法与 ESM 法对 6 批益气安神胶囊中 4 种成分含量测定结果比较($n = 3$)

Tab. 4 Comparison of the content determination results of four components in six batches of Yiqi Anshen Capsules by the QAMS and the ESM ($n = 3$)

批号	木香炔内酯 (mg / g)	阿魏酸(mg / g)			远志吡啶酮Ⅲ(mg / g)			去氢木香内酯(mg / g)		
		ESM	QAMS	RE(%)	ESM	QAMS	RE(%)	ESM	QAMS	RE(%)
202112001	0. 303 4	0. 201 1	0. 200 0	- 0. 547	0. 291 1	0. 290 1	- 0. 344	0. 332 5	0. 333 2	0. 211
202202001	0. 310 8	0. 206 0	0. 204 8	- 0. 583	0. 298 1	0. 297 2	- 0. 302	0. 340 4	0. 341 3	0. 264
202204001	0. 303 9	0. 201 3	0. 200 3	- 0. 497	0. 291 7	0. 290 6	- 0. 377	0. 332 9	0. 333 7	0. 240
202301002	0. 304 8	0. 202 1	0. 200 9	- 0. 594	0. 292 3	0. 291 4	- 0. 308	0. 334 0	0. 334 7	0. 210
202303003	0. 307 7	0. 203 9	0. 202 8	- 0. 539	0. 295 1	0. 294 2	- 0. 305	0. 336 9	0. 337 9	0. 297
202306003	0. 311 2	0. 206 3	0. 205 1	- 0. 582	0. 298 5	0. 297 6	- 0. 302	0. 340 9	0. 341 8	0. 264

3 讨论

3. 1 色谱条件选择

检测波长:本研究中使用 PDA 在 210, 225, 254, 316 nm 波长下测定,样品图谱通过 3D 图谱分析发现,在 216 nm 波长下待测成分的图谱分离度、对称因子、理论板数均符合测定要求,基线也较平稳,峰形对称,且其他峰干扰少,故最终选择 216 nm 为检测波长。

流动相:本研究中考察了乙腈 - 水、甲醇 - 水、乙腈 - 0. 1% 甲酸水溶液、甲醇 - 0. 1% 甲酸水溶液、甲醇 - 0. 1% 磷酸水溶液^[16]、甲醇 - 0. 2% 磷酸水溶液、乙腈 - 0. 1% 磷酸水溶液^[17]、甲醇 - 乙腈 - 0. 2% 磷酸水溶液^[18]等流动相体系,以待测成分的分离度、对称因子、理论板数为指标进行考察,结果以甲醇 - 0. 2% 磷酸水溶液作为流动相时的色谱峰峰形较好,各待测成分峰间的基线平稳,分离度良好,故最终选择甲醇 - 0. 2% 磷酸水溶液为流动相。

3. 2 提取溶剂与超声提取时间选择

本研究中考察了 40% 甲醇溶液、70 甲醇溶液、100% 甲醇、无水乙醇溶剂,结果以 70% 甲醇溶液为溶剂时,4 种待测成分出峰较完整,故溶剂选择 70% 甲醇溶液。样品的超声提取时间考察了 15, 30, 45 min,结果超声提取 30 min 和 45 min 时各待测成分峰面积差异不显著,且峰面积均大于超声提取 15 min,表明超声提取 30 min 时样品已提取完全,故选择 30 min 为超声提取时间。

3. 3 内标物选择

本研究中对待测成分的价格、分离度、对称因子、理论板数、峰形等影响因素进行了综合考察,结果木香炔内酯优于其他待测成分,故选择木香炔内酯为 QAMS 法测定的内标物。

3. 4 方法评价

本研究中的方法操作简便、结果准确、重复性好,可用于同时测定益气安神胶囊中 4 种成分的含量。

参考文献

[1] 吕俊廷. “333”诊疗模式对失眠症的临床研究[D]. 兰州:甘