

中图分类号: R917; R927 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2026)06-0093-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2026.06.020



一测多评法同时测定温通膏中5种成分含量*

周 艳, 成差群[△], 吴 涵, 黄晓冰, 王 凌

(广州中医药大学第三附属医院, 广东 广州 510378)

摘要:目的 建立同时测定温通膏中5种成分含量的一测多评法。方法 采用高效液相色谱法, 色谱柱为 Kromasil 100-5 C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液(梯度洗脱), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 246 nm(异补骨脂素、补骨脂素、异欧前胡素)和 320 nm(阿魏酸、蛇床子素), 柱温为 30 °C, 进样量为 10 μL。以补骨脂素为内参物, 分别计算其余4种成分的相对校正因子及相对保留时间, 测定5批样品含量, 并与外标法测定结果比较。结果 阿魏酸、补骨脂素、异补骨脂素、蛇床子素、异欧前胡素质量浓度分别在 2.50~20.00 μg/mL、5.00~40.00 μg/mL、6.25~50.00 μg/mL、80.00~180.00 μg/mL、2.50~20.00 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r \geq 0.999 0, n = 5$); 精密度、稳定性、重复性、耐用性试验结果的 RSD 均小于 4.0%; 平均加样回收率分别为 94.70%, 94.34%, 94.03%, 100.09%, 99.66%, RSD 分别为 2.79%, 3.21%, 3.63%, 1.02%, 2.24% ($n = 9$)。阿魏酸、异补骨脂素、蛇床子素、异欧前胡素的相对校正因子分别为 1.478 9, 1.025 8, 2.351 8, 1.978 0, 5批样品2种方法含量测定结果的相对误差 < 3.0% ($n = 3$)。结论 该方法简便可行, 结果准确可靠, 可用于温通膏的质量控制。

关键词: 温通膏; 高效液相色谱法; 一测多评法; 含量测定

Simultaneous Determination of Five Components in Wentong Ointment by QAMS

ZHOU Yan, CHENG Chaqun[△], WU Han, HUANG Xiaobing, WANG Ling

(The Third Affiliated Hospital of Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou, Guangdong 510378, China)

Abstract: Objective To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous determination of five components in Wentong Ointment. **Methods** High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used for the content determination, the chromatographic column was Kromasil 100-5 C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid aqueous solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 246 nm (angelicin, psoralen, isoimperatorin) and 320 nm (ferulic acid, osthole), the column temperature was 30 °C, and the injection volume was 10 μL. With psoralen as the internal reference substance, the relative correction factors and the relative retention time of the other four components were calculated, the contents of five batches of samples were determined and compared with those by the external standard method. **Results** The linear ranges of ferulic acid, psoralen, angelicin, osthole, and isoimperatorin were 2.50-20.00 μg/mL, 5.00-40.00 μg/mL, 6.25-50.00 μg/mL, 80.00-180.00 μg/mL, 2.50-20.00 μg/mL ($r \geq 0.999 0, n = 5$), respectively; the RSDs of the precision, stability, repeatability, and durability test results were all lower than 4.0%; the average recoveries of the above five components were 94.70%, 94.34%, 94.03%, 100.09%, 99.66%, with RSDs of 2.79%, 3.21%, 3.63%, 1.02%, 2.24% ($n = 9$), respectively. The relative correction factors of ferulic acid,

* 基金项目: 广东省中医药局科研项目[20244039]。

第一作者: 周艳, 女, 大学本科, 主管药师, 研究方向为中药新药与制剂, (电子信箱)853990104@qq.com。

[△]通信作者: 成差群, 女, 硕士研究生, 副主任中药师, 研究方向为中药经皮给药制剂的研发, (电子信箱)13535085888@139.com。

OPLS-DA 法的复方儿茶胶囊综合质量评价[J]. 中国处方药, 2024, 22(2): 50-53.

[10] 黄小凤, 饶亮明, 青琳森, 等. UPLC-MS/MS 法同时测定乌灵胶囊/乌灵菌粉中 10 种核苷[J]. 中成药, 2023, 45(7): 2144-2148.

[11] 魏 巍, 王冰瑶. 莪术及其主要成分的药理作用研究进展[J]. 药物评价研究, 2022, 45(10): 2154-2160.

[12] 李泽宇, 曹 瑞, 郝二伟, 等. 广西莪术化学成分和药理作用的研究进展及其质量标志物(Q-Marker)预测分析[J]. 中草药, 2021, 52(15): 4687-4699.

[13] 陈雨彤, 叶琳若, 崔 琦, 等. 浙贝母化学成分和药理作用的研究进展及其质量标志物预测分析[J]. 中医药信息, 2024, 41(6): 60-75.

[14] 肖 先, 荆 云, 李春燕, 等. 泽泻主要化学成分及药理作用研究进展[J]. 新乡医学院学报, 2024, 41(4): 378-382.

[15] 戴梦翔, 金姝娜, 宋成武, 等. 泽泻及其炮制品化学成分和药理作用的研究进展[J]. 中草药, 2023, 54(5): 1620-1635.

[16] 廖嘉穗, 付 娟, 张日美, 等. 基于 HPLC 指纹图谱结合化学计量学及多成分定量测定的腰痹通胶囊质量评价研究[J]. 中草药, 2024, 55(8): 2579-2588.

(收稿日期: 2024-07-12; 修回日期: 2025-11-19)

angelicin, osthole, and isoimperatorin were 1.478 9, 1.025 8, 2.351 8, 1.978 0, respectively. The relative error of the content determination results by the two methods for five batches of samples were all lower than 3.0% ($n = 3$). **Conclusion** The method is simple, feasible, accurate, and reliable, which can be used for the quality control of Wentong Ointment.

Key words: Wentong Ointment; HPLC; QAMS; content determination

温通膏是我院名老中医的经验方,由蛇床子、补骨脂、羌活、当归、独活等药材组方,有温经通络、强肾壮腰、活血镇痛、祛寒逐湿功效,主要用于腰膝酸软、肾虚腰痛、肩颈痹痛、手足痿痹、骨折创伤(中后期)、风湿肿痛、跌打损伤肿胀疼痛等症的治疗^[1-4],临床使用多年,疗效确切^[5]。课题组前期建立了检测温通膏中蛇床子、补骨脂等主药成分的定性法及补骨脂含量的定量法^[2,5-7]。但由于中药成分的多样性和复杂性,单一成分检测难以全面反映温通膏的质量^[8-9],因此有必要同步对中药制剂中多成分进行质量控制^[10]。一测多评(QAMS)法通过设定某种成分作为内参物,计算出其他待测成分的相对校正因子(RCF),进而计算得到其他成分的含量,既可实现同步测定多种成分含量,解决对照品紧缺的问题,又能节约成本和检测时间^[11-12]。基于此,本研究中建立了同时测定温通膏中5个成分含量的一测多评法,并与外标(ESM)法检测结果进行比较,以期更全面评价和控制温通膏的质量提供参考。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);MSE125P-OCE-DU型分析天平(北京赛多利斯公司,精度为0.01 mg);LT-100A型超声波清洗机(广州莱特仪器科技有限公司)。

1.2 试剂

温通膏(广州中医药大学第三附属医院制剂中心,粤药制字Z20080086,批号分别为20240122,20240201,20240318,20240501,20240601,20250101);对照品阿魏酸(批号为MUST-24101002)、补骨脂素(批号为MUST-23122811)、异补骨脂素(批号为MUST-241061911)、蛇床子素(批号为MUST-24102507)、异欧前胡素(批号为MUST-24082504),均购于曼斯特(成都)生物科技有限公司;甲醇为色谱纯,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:Kromasil 100-5 C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0~20 min时83%B;20~21 min时83%B → 71%B,21~51 min时71%B,51~52 min时71%B → 54%B,52~105 min时54%B,105~106 min时54%B →

10%B,106~166 min时10%B);流速:1.0 mL/min;检测波长:246 nm(异补骨脂素、补骨脂素、异欧前胡素)或320 nm(阿魏酸、蛇床子素);柱温:30 °C;进样量:10 μL。

2.2 溶液制备

混合对照品溶液:取阿魏酸、异补骨脂素、补骨脂素、异欧前胡素对照品各适量,精密称定,置25 mL容量瓶中,加甲醇溶解并定容,制成阿魏酸、异补骨脂素、补骨脂素、异欧前胡素质量浓度分别为100,250,200,100 μg/mL的对照品贮备液I;取蛇床子素适量,精密称定,以甲醇制成质量浓度为1 000 μg/mL的对照品贮备液II;取对照品贮备液I 1.0 mL、对照品贮备液II 1.3 mL,加甲醇制成阿魏酸、异补骨脂素、补骨脂素、蛇床子素、异欧前胡素质量浓度分别为10,25,20,130,10 μg/mL的混合对照品溶液。

供试品溶液:取样品5 g,精密称定,加乙酸乙酯20 mL,搅拌均匀,超声(功率600 W、频率40 kHz)提取20 min,提取2次,合并提取液,残渣加乙酸乙酯洗涤3次,每次10 mL,并入提取液,水浴蒸干,残渣加甲醇定容至10 mL,经0.22 μm微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。

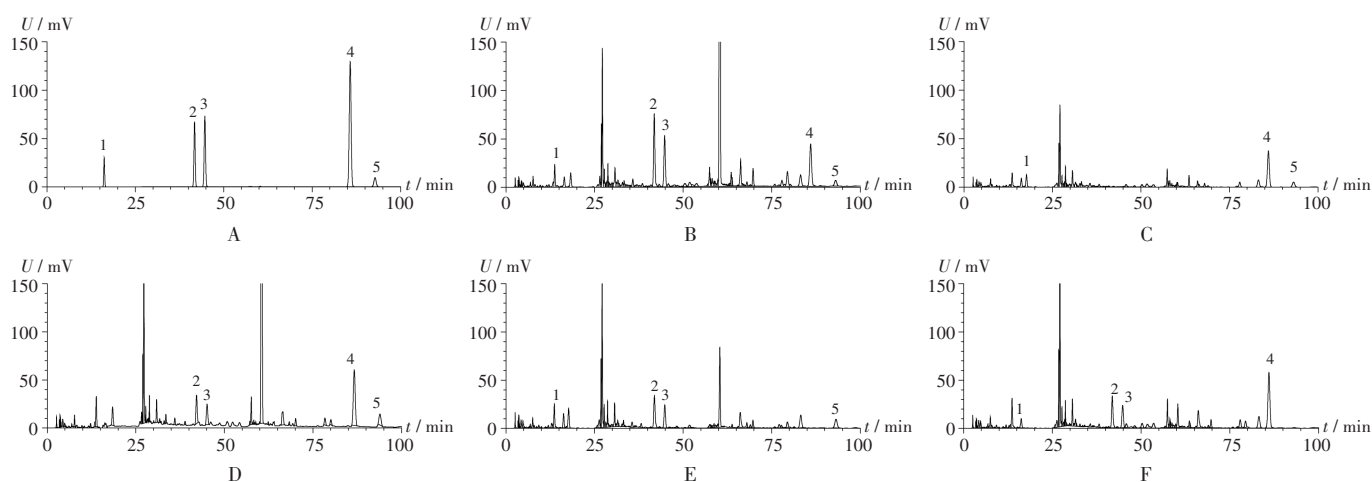
阴性对照品溶液:按温通膏处方及工艺分别制备不含当归、补骨脂、蛇床子、羌活、独活的单一阴性样品,按供试品溶液制备方法制备单一阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

系统适用性试验:取2.2项下混合对照品溶液、供试品溶液、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。结果供试品溶液在与混合对照品溶液色谱保留时间相同处有相应色谱峰,目标成分色谱峰分离度均大于1.5,阴性对照无干扰。详见图1。

线性关系考察:分别精密吸取2.2项下对照品贮备液I 0.25,0.50,1.00,1.50,2.00 mL及对照品贮备液II 0.80,1.00,1.30,1.50,1.80 mL,依次置10 mL容量瓶中,以甲醇定容,得系列混合对照品溶液,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,以待测成分质量浓度(X , μg/mL)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表1。

精密度试验:取2.2项下混合对照品溶液10 μL,按2.1项下色谱条件连续进样6次,记录峰面积。结果阿魏酸、异补骨脂素、补骨脂素、蛇床子素、异欧前胡素峰面积的RSD分别为1.90%,1.93%,1.90%,1.95%,1.97%



1. 阿魏酸 2. 补骨脂素 3. 异补骨脂素 4. 蛇床子素 5. 异欧前胡素

A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C - F. 阴性对照品溶液(分别缺补骨脂; 当归; 蛇床子, 独活; 羌活)

图1 高效液相色谱图

1. Ferulic Acid 2. Psoralen 3. Angelicin 4. Osthole 5. Isoimperatorin

A. Mixed reference solution B. Test solution C - F. Negative reference solution(lacking Psoraleae Fructus; Angelicae Sinensis Radix; Cnidii Fructus, Angelicae Pubescentis Radix; Notopterygii Rhizoma et Radix; respectively)

Fig. 1 HPLC chromatograms

表1 线性关系考察结果(n = 5)

Tab. 1 Results of the linear relation test (n = 5)

| 待测成分 | 回归方程 | r | 线性范围(μg/mL) |
|-------|----------------------------------|---------|--------------|
| 阿魏酸 | $Y_1 = 58\,502.7X_1 - 15\,818.1$ | 0.999 8 | 2.50~20.00 |
| 补骨脂素 | $Y_2 = 86\,332.5X_2 - 41\,067.8$ | 0.999 8 | 5.00~40.00 |
| 异补骨脂素 | $Y_3 = 84\,103.4X_3 - 48\,013.1$ | 0.999 8 | 6.25~50.00 |
| 蛇床子素 | $Y_4 = 34\,079.1X_4 + 299\,363$ | 0.999 0 | 80.00~180.00 |
| 异欧前胡素 | $Y_5 = 43\,769.9X_5 - 12\,241.7$ | 0.999 8 | 2.50~20.00 |

(n = 6), 表明仪器精密性良好。

稳定性试验: 取 2.2 项下供试品溶液(批号为 20250101), 分别于常温放置 0, 3, 6, 9, 12, 16, 24 h 后, 按 2.1 项下色谱条件进样测定, 记录峰面积。结果阿魏酸、异补骨脂素、补骨脂素、蛇床子素、异欧前胡素峰面积的 RSD 分别为 3.62%, 3.88%, 1.17%, 0.94%, 1.14% (n = 7), 表明供试品溶液室温放置 24 h 内基本稳定。

重复性试验: 取样品(批号为 20250101) 6 份, 精密称定, 每份 5.0 g, 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, 并计算样品含量。结果的 RSD 分别为 2.45%, 2.68%, 2.05%, 1.53%, 3.51% (n = 6), 表明方法重复性良好。

加样回收试验: 取已知 5 种成分含量的样品(批号为 20250101) 9 份, 精密称定, 每份 2.5 g, 分别加入低、中、高质量浓度的混合对照品溶液, 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, 记录峰面积并计算加样回收率。结果见表 2。

RCF: 吸取 2.2 项下混合对照品溶液 6 份, 各 10 μL, 按 2.1 项下色谱条件进样测定并记录峰面积, 以补骨脂素

为内参物, 按照下列公式^[8,13-15]分别计算其余 4 种成分的 RCF(符号为 f_{si})。公式为 $f_{si} = f_s / f_i = (A_s / W_s) / (A_i / W_i)$ 。式中, A_s 和 W_s (μg/mL) 分别指参照物的峰面积和质量浓度, A_i 和 W_i (μg/mL) 指待测成分的峰面积和质量浓度。结果见表 3。

耐用性考察: 吸取混合对照品溶液适量, 平行 3 份, 分别于不同色谱仪器、色谱柱、柱温、流速下进样检测, 考察其对 RCF 的影响。结果的 RSD 均小于 5%, 说明各考察因素在一定幅度内改变时对结果无明显影响, 方法的耐用性较好。详见表 4(A 柱为 ShimNex CS C₁₈ 柱, B 柱为 Kromasil 100-5 C₁₈ 柱, 规格均为 250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。

2.4 样品含量测定

取 5 批样品各适量, 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, 分别采用本研究中建立的 QAMS 法和 ESM 法检测并计算 5 个成分的含量, 并以相对误差(RE)^[14]验证 QAMS 法的可行性。结果 RE 均小于 3.0%, 说明 2 种方法所得结果一致性较好。详见表 5。

3 讨论

3.1 指标成分选择

温通膏组方中, 补骨脂和附子共为君药, 前者的活性成分补骨脂素、异补骨脂素可通过多途径起到抗肿瘤、抗炎、抗骨质疏松和镇痛作用^[16]。臣药中的蛇床子温肾助阳、祛风燥湿, 能助君药之力, 加强温阳散寒之功; 佐药中的当归补血活血、调经止痛, 羌活、独活祛风散寒、胜湿止痛, 两者相须为用。鉴于此, 本研究中分别选取以上 5 味药材中的主要有效成分阿魏酸(来自当归), 异补骨脂素、补骨脂素(来自补骨脂), 异欧前胡素

表2 加样回收试验结果 (n = 9)
Tab. 2 Results of the recovery test (n = 9)

| 待测成分 | 取样量(g) | 样品含量(μg) | 加入量(μg) | 测得量(μg) | 回收率(%) | \bar{X} (%) | RSD(%) | 待测成分 | 取样量(g) | 样品含量(μg) | 加入量(μg) | 测得量(μg) | 回收率(%) | \bar{X} (%) | RSD(%) | | | | |
|---------|---------|----------|---------|---------|--------|---------------|--------|-------|---------|----------|---------|---------|--------|---------------|--------|-------|-------|--------|--------|
| 阿魏酸 | 2.500 8 | 49.65 | 35.48 | 84.19 | 97.35 | 94.70 | 2.79 | 蛇床子素 | 2.501 2 | 79.06 | 74.66 | 150.83 | 96.13 | 100.09 | 1.02 | | | | |
| | 2.500 6 | 49.64 | 35.48 | 83.53 | 95.52 | | | | 2.501 9 | 79.08 | 89.59 | 161.92 | 92.47 | | | | | | |
| | 2.501 1 | 49.65 | 35.48 | 84.54 | 98.34 | | | | 2.501 0 | 79.05 | 89.59 | 167.00 | 98.17 | | | | | | |
| | 2.503 6 | 49.70 | 44.35 | 90.18 | 91.27 | | | | 2.500 6 | 79.04 | 89.59 | 159.14 | 89.41 | | | | | | |
| | 2.502 4 | 49.68 | 44.35 | 90.98 | 93.12 | | | | 2.500 8 | 587.02 | 472.42 | 1057.03 | 99.49 | | | | | | |
| | 2.501 2 | 49.65 | 44.35 | 90.18 | 91.39 | | | | 2.500 6 | 586.98 | 472.42 | 1050.95 | 98.21 | | | | | | |
| | 2.501 9 | 49.67 | 53.22 | 101.47 | 97.33 | | | | 2.501 1 | 587.09 | 472.42 | 1057.07 | 99.48 | | | | | | |
| | 2.501 0 | 49.65 | 53.22 | 99.17 | 93.05 | | | | 2.503 6 | 587.68 | 590.52 | 1177.49 | 99.88 | | | | | | |
| | 2.500 6 | 49.64 | 53.22 | 100.18 | 94.96 | | | | 2.502 4 | 587.40 | 590.52 | 1184.26 | 101.07 | | | | | | |
| | 2.500 8 | 104.20 | 73.49 | 173.11 | 93.77 | | | | 2.501 2 | 587.12 | 590.52 | 1177.49 | 99.97 | | | | | | |
| 补骨脂素 | 2.500 6 | 104.19 | 73.49 | 172.01 | 92.28 | 94.34 | 3.21 | 异欧前胡素 | 2.501 9 | 587.28 | 708.62 | 1299.59 | 100.52 | 99.66 | 2.24 | | | | |
| | 2.501 1 | 104.21 | 73.49 | 176.01 | 97.70 | | | | 2.501 0 | 587.07 | 708.62 | 1298.95 | 100.46 | | | | | | |
| | 2.503 6 | 104.31 | 91.86 | 192.67 | 96.19 | | | | 2.500 6 | 586.98 | 708.62 | 1308.05 | 101.76 | | | | | | |
| | 2.502 4 | 104.26 | 91.86 | 184.84 | 87.72 | | | | 2.500 8 | 37.52 | 34.60 | 70.47 | 95.23 | | | | | | |
| | 2.501 2 | 104.21 | 91.86 | 192.67 | 96.30 | | | | 2.500 6 | 37.52 | 34.60 | 72.48 | 101.04 | | | | | | |
| | 2.501 9 | 104.24 | 110.23 | 210.81 | 96.68 | | | | 2.501 1 | 37.53 | 34.60 | 71.19 | 97.28 | | | | | | |
| | 2.501 0 | 104.20 | 110.23 | 208.84 | 94.93 | | | | 2.503 6 | 37.57 | 43.26 | 81.08 | 100.58 | | | | | | |
| | 2.500 6 | 104.19 | 110.23 | 207.22 | 93.47 | | | | 2.502 4 | 37.55 | 43.26 | 80.07 | 98.29 | | | | | | |
| | 异补骨脂素 | 2.500 8 | 79.05 | 59.72 | 134.35 | | | | 92.60 | 94.03 | 3.63 | 2.501 2 | 37.53 | | | 43.26 | 81.08 | 100.67 | 100.42 |
| | | 2.500 6 | 79.04 | 59.72 | 134.56 | | | | 92.97 | | | 2.501 9 | 37.54 | | | 51.91 | 90.27 | 101.58 | |
| 2.501 1 | | 79.06 | 59.72 | 138.04 | 98.76 | 2.501 0 | 37.53 | 51.91 | 90.40 | | | 101.85 | | | | | | | |
| 2.503 6 | | 79.14 | 74.66 | 150.83 | 96.02 | 2.500 6 | 37.52 | 51.91 | 89.65 | | | 100.42 | | | | | | | |
| 2.502 4 | | 79.10 | 74.66 | 146.11 | 89.75 | | | | | | | | | | | | | | |

表3 相对校正因子计算结果

Tab. 3 Calculation results of relative correction factors

| 序号 | 阿魏酸 | 异补骨脂素 | 蛇床子素 | 异欧前胡素 |
|-----------|---------|---------|---------|---------|
| 1 | 1.479 0 | 1.025 8 | 2.344 8 | 1.978 3 |
| 2 | 1.478 9 | 1.025 8 | 2.352 8 | 1.978 0 |
| 3 | 1.478 9 | 1.025 8 | 2.353 9 | 1.978 0 |
| 4 | 1.478 9 | 1.025 8 | 2.353 3 | 1.978 0 |
| 5 | 1.478 9 | 1.025 9 | 2.354 5 | 1.978 0 |
| 6 | 1.478 9 | 1.025 8 | 2.351 8 | 1.978 0 |
| \bar{X} | 1.478 9 | 1.025 8 | 2.351 8 | 1.978 0 |
| RSD(%) | 0.003 7 | 0.001 7 | 0.150 0 | 0.006 5 |

(来自羌活), 蛇床子素(来自蛇床子、独活)作为指标性成分进行定量分析。

3.2 内参物选择

选择参照物时, 多考虑选择制备简单、质量浓度较高、方便检测、稳定性好的成分^[8,17]。预试验中分别以阿魏酸、异补骨脂素、补骨脂素、异欧前胡素、蛇床子素作为内参物, 然后计算其余4种成分的RCF, 并取其平均值, 作为各成分的RCF^[18], 结果对应的RSD分别为1.92%, 1.82%, 1.78%, 1.98%, 6.25%, 以补骨脂素为

表4 耐用性考察结果(n = 3)

Tab. 4 Results of the durability test(n = 3)

| 项目 | 阿魏酸 | 异补骨脂素 | 蛇床子素 | 异欧前胡素 | | |
|-----------|------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 柱温(°C) | 27 | 1.478 5 | 1.025 7 | 2.370 1 | 1.977 6 | |
| | 30 | 1.478 7 | 1.025 9 | 2.374 1 | 1.977 3 | |
| | 35 | 1.478 9 | 1.025 9 | 2.371 3 | 1.977 9 | |
| | \bar{X} | 1.478 7 | 1.025 8 | 2.371 8 | 1.977 6 | |
| | RSD(%) | 0.01 | 0.01 | 0.09 | 0.02 | |
| | 流速(mL/min) | 0.8 | 1.492 9 | 1.047 0 | 2.204 2 | 1.975 7 |
| 0.9 | | 1.477 8 | 1.026 1 | 2.276 8 | 1.976 0 | |
| 1.0 | | 1.478 6 | 1.025 9 | 2.378 7 | 1.977 3 | |
| 1.1 | | 1.478 7 | 1.025 9 | 2.375 0 | 1.991 6 | |
| 1.2 | | 1.479 3 | 1.025 8 | 2.344 7 | 1.990 9 | |
| \bar{X} | | 1.481 5 | 1.030 1 | 2.315 9 | 1.982 3 | |
| RSD(%) | 0.43 | 0.92 | 3.22 | 0.41 | | |
| 仪器 | LC-20AT型 | A柱 | 1.516 4 | 1.026 0 | 2.396 3 | 1.976 4 |
| | | B柱 | 1.493 2 | 1.031 2 | 2.385 5 | 1.946 6 |
| | LC-40D xs型 | A柱 | 1.469 5 | 1.015 6 | 2.406 6 | 1.965 9 |
| | | B柱 | 1.501 3 | 1.042 1 | 2.386 2 | 2.013 2 |
| | \bar{X} | 1.495 1 | 1.028 7 | 2.393 7 | 1.975 5 | |
| | RSD(%) | 1.31 | 1.07 | 0.42 | 1.42 | |

表5 样品含量测定结果($\mu\text{g/g}$, $n=3$)

Tab. 5 Results of the content determination of samples($\mu\text{g/g}$, $n=3$)

| 批号 | 方法 | 补骨脂素 | 阿魏酸 | 异补骨脂素 | 蛇床子素 | 异欧前胡素 |
|----------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|
| 20240122 | ESM | 39.78 | 20.66 | 33.17 | 221.22 | 13.81 |
| | QAMS | | 20.65 | 32.79 | 227.11 | 13.61 |
| | RE(%) | | -0.05 | -1.16 | 2.66 | -1.45 |
| 20240201 | ESM | 41.38 | 19.75 | 34.08 | 222.69 | 13.91 |
| | QAMS | | 19.70 | 33.69 | 228.29 | 13.70 |
| | RE(%) | | -0.25 | -1.14 | 2.51 | -1.51 |
| 20240318 | ESM | 45.19 | 19.96 | 36.12 | 229.83 | 13.69 |
| | QAMS | | 19.88 | 35.71 | 234.62 | 13.45 |
| | RE(%) | | -0.41 | -1.14 | 2.08 | -1.75 |
| 20240501 | ESM | 43.10 | 20.15 | 35.84 | 229.03 | 13.55 |
| | QAMS | | 20.10 | 35.46 | 234.09 | 13.32 |
| | RE(%) | | -0.25 | -1.06 | 2.21 | -1.70 |
| 20240601 | ESM | 41.98 | 19.25 | 32.56 | 219.85 | 13.92 |
| | QAMS | | 19.21 | 32.16 | 225.74 | 13.73 |
| | RE(%) | | -0.21 | -1.23 | 2.68 | -1.36 |

内参物时最小,且补骨脂素价低易得,色谱峰峰形好,保留时间居中,附近对其干扰的成分少,有利于其余成分峰的识别和相对保留时间的计算,且性质稳定,故将其作为内参物^[11,19]。

3.3 色谱条件优化

预试验中考察并比较了甲醇-0.1%磷酸水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶液、乙腈-0.1%磷酸水溶液、乙腈-0.2%磷酸水溶液等流动相体系对供试品溶液的分流效果。结果发现,以乙腈-0.1%磷酸水溶液进行洗脱时,5种待测成分色谱峰出峰稳定且分离良好。同时考察了各成分在240 nm、246 nm、250 nm、315 nm、320 nm、325 nm波长下的色谱峰,结果显示异补骨脂素、补骨脂素、异欧前胡素在246 nm波长处峰面积最大,阿魏酸和蛇床子素在320 nm波长处峰面积最大,因此选择双波长(246 nm、320 nm)为检测波长。

3.4 提取溶剂和提取方式考察

预试验中还不同的提取溶剂(甲醇、正己烷、二氯甲烷、乙酸乙酯、水)和提取方式(超声、回流)进行了考察。结果以乙酸乙酯为提取溶剂时,测得各待测成分的含量最高,色谱图峰形对称,同时综合考虑提取效率和节约能源成本,最终选择乙酸乙酯为溶剂超声提取,以制备供试品溶液。

3.5 方法评价

本研究中所建QAMS法简便可行,结果准确可靠,可用于温通膏的质量控制。

参考文献

- [1] 梁诗敏,吴涵,吴雪茹,等. 速溶型聚合物微针贴片的制备及其性能研究[J]. 中药材,2019,42(3):622-625.
- [2] 吴涵,梁诗敏,吴雪茹,等. 温通膏方微针贴剂的体外释放与透皮性能研究[J]. 中药新药与临床药理,2021,32(3):414-418.
- [3] 吴涵,梁诗敏,吴雪茹. 温通膏方复合微针贴剂的制备及其性能研究[J]. 中药材,2021,44(1):159-162.
- [4] 黄晓冰,吴涵,钟碧莲,等. 温通膏微乳凝胶成型工艺优化研究[J]. 中药材,2020,43(8):1967-1970.
- [5] 黄晓冰,吴雪茹,吴涵,等. 新工艺温通膏主要药效学研究[J]. 药学实践杂志,2018,36(6):507-511.
- [6] 黄晓冰,陈金兴,潘弟仪,等. 温通膏薄层色谱鉴别标准提高研究[J]. 云南中医中药杂志,2017,38(3):73-74.
- [7] 钟碧莲,文桂卿,黄晓冰,等. 温通膏中补骨脂素、异补骨脂素皮肤在体微透析方法的建立[J]. 中药新药与临床药理,2021,32(8):1173-1177.
- [8] 涂栩秀,唐琼,赵映娟,等. 同时采用一测多评法和外标法测定灯盏细辛注射液中的2类物质的含量[J]. 药物分析杂志,2021,41(5):798-808.
- [9] 邵冰梅,闫蓓蓓,赵祥君,等. 基于指纹图谱与一测多评法的裸花紫珠质量评价[J]. 中药材,2024,47(11):2807-2812.
- [10] 秦柳柳,林佳明,林利城,等. 一测多评法同时测定柴胡牡蛎颗粒中6种成分的含量[J]. 中南药学,2024,22(12):3351-3355.
- [11] 郭威,田雨晴,沈庆国,等. 一测多评法同时测定金藤清痹颗粒中7种成分的含量[J]. 中成药,2024,46(7):2334-2338.
- [12] 张侠,张小平,孙婷婷,等. 基于HPLC特征图谱和一测多评的五味子质量评价研究[J]. 中药材,2024,47(7):1733-1737.
- [13] 侯丽慧,王乐,张宇,等. 一测多评法测定冰川滴丸中6个成分含量[J]. 中国药业,2024,33(10):76-80.
- [14] 徐伟,王靖雯,何清华,等. 一测多评法同时测定黄蛤培元膏中7种抗炎活性成分[J]. 中国药业,2024,33(23):71-76.
- [15] 李怀伟,王劲,任仲丽,等. 一测多评法同时测定蒲元和胃胶囊中7种成分含量[J]. 中国药业,2024,33(9):110-114.
- [16] 范冰冰,仲人中,马壮,等. 补骨脂的药理学研究进展[J]. 中华中医药学刊,2024,42(4):84-87.
- [17] 胡瑞雪,梁元昊,徐文丽,等. 一测多评法在中药中的应用及研究进展[J]. 药物分析杂志,2019,39(11):1968-1979.
- [18] 段丽,祝清灿,汪娥,等. 一测多评法测定补骨脂中5种成分的含量[J]. 西北药学杂志,2021,36(1):10-14.
- [19] 刘颖新,冯传平,刘利利,等. 一测多评法同时测定二至丸中8个成分[J]. 药物分析杂志,2021,41(2):210-218.

(收稿日期:2025-05-27;修回日期:2025-11-03)