

# 复方苦参肠炎康片 HPLC 指纹图谱及多成分含量测定

胡丹(宿州市食品药品检验检测中心, 安徽 宿州 234000)

**摘要:** 目的 采用 HPLC 建立复方苦参肠炎康片指纹图谱定性和 8 个成分定量分析的测定方法, 为复方苦参肠炎康片的质量控制提供更为可靠的方法和依据。方法 采用 HPLC 同时测定复方苦参肠炎康片中京尼平苷酸、苦参碱、绿原酸、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵的含量, 采用 Agilent TC-C<sub>18</sub> 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈(A)-0.05%磷酸溶液(B), 梯度洗脱; 检测波长为 220 nm, 柱温为 30 °C, 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 进样量为 10 μL。选取黄芩苷为参照峰, 并使用中药色谱指纹图谱相似度评价系统对指纹图谱进行相似性评价, 确定共有峰。结果 京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵质量浓度的线性范围分别为 1.080~9.723( $r=0.999\ 8$ ), 5.213~46.92( $r=0.999\ 6$ ), 18.95~170.5( $r=0.999\ 4$ ), 31.79~286.1( $r=0.999\ 7$ ), 49.53~445.8( $r=0.999\ 4$ ), 113.5~1022( $r=0.999\ 5$ ), 70.77~636.9( $r=0.999\ 6$ ), 10.69~96.21( $r=0.999\ 5$ ) μg·mL<sup>-1</sup>; 定量限分别为 0.867 0, 1.051, 1.123, 1.021, 0.903 1, 0.896 1, 1.063, 1.216 μg·mL<sup>-1</sup>; 平均加样回收率分别为 98.6%, 99.0%, 98.4%, 98.7%, 98.8%, 99.1%, 98.9%, 98.8% (RSD 均 < 2.0%,  $n=6$ ); 仪器精密度、重复性、稳定性(48 h)试验的 RSD 均 < 2.0% ( $n=6$ )。14 批次复方苦参肠炎康片的指纹图谱与其指纹图谱共有模式相比较相似度均 > 0.9, 标定了共有峰 22 个, 并对其中 8 个共有峰进行了指认和归属。结论 所建立的 HPLC 指纹图谱分离效果良好, 特征性强, 方法稳定简单, 多指标成分含量测定同时结合指纹图谱分析能更为全面地对复方苦参肠炎康片的质量进行控制。

**关键词:** 复方苦参肠炎康片; 指纹图谱; 高效液相色谱法; 多组分测定; 质量控制

中图分类号: 917.101 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2020)14-1734-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2020.14.013

引用本文: 胡丹. 复方苦参肠炎康片 HPLC 指纹图谱及多成分含量测定[J]. 中国现代应用药学, 2020, 37(14): 1734-1739.

## Fingerprint of Fufang Kushen Changyankang Tablets and the Content Determination of Its Multi-components by HPLC

HU Dan(Suzhou Food and Drug Inspection and Testing Center, Suzhou 234000, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To establish a method for the qualitative analysis of fingerprints and quantitative analysis of 8 components of Fufang Kushen Changyankang tablets by HPLC, and to provide a more reliable method and basis for the quality control of Fufang Kushen Changyankang tablets. **METHODS** The determination was performed on Agilent TC-C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm, 5 μm) column with mobile phase consisted of acetonitrile(A)-0.05% phosphoric acid(gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup>. The detection wavelength was set at 220 nm. The column temperature was set at 30 °C and the injection volume was 10 μL. Baicalin was selected as the reference peak. The HPLC fingerprints were analyzed and the similarity was evaluated with Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of Traditional Chinese Medicine. **RESULTS** The linear range was 1.080–9.723 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 8$ ) for geniposidic acid, 5.213–46.92 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 6$ ) for chlorogenic acid, 18.95–170.5 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 4$ ) for matrine, 31.79–286.1 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 7$ ) for oxymatrine, 49.53–445.8 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 4$ ) for paeoniflorin, 113.5–102.2 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 5$ ) for baicalin, 70.77–636.9 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 6$ ) for berberine hydrochloride, 10.69–96.21 μg·mL<sup>-1</sup> ( $r=0.999\ 5$ ) for ammonium glycyrrhizinate, limits of quantitation were 0.867 0, 1.051, 1.123, 1.021, 0.903 1, 0.896 1, 1.063, 1.216 μg·mL<sup>-1</sup>; average recoveries were 98.6%, 99.0%, 98.4%, 98.7%, 98.8%, 99.1%, 98.9%, 98.8% (RSD < 2.0%,  $n=6$ ), respectively; RSDs of precision, reproducibility and stability tests (48 h) were < 2.0% ( $n=6$ ). Compared with the common pattern of fingerprints, the similarities of 14 batches of samples were > 0.9 with 22 common peaks, 8 of which were identified and assigned. **CONCLUSION** The HPLC fingerprints established have a good separation effect with strong characteristics. The method is stable and simple. The better quality control of Fufang Kushen Changyankang tablets can be achieved by multi-index composition determination combined with fingerprint analysis.

**KEYWORDS:** Fufang Kushen Changyankang tablets; fingerprint; HPLC; multi-component determination; quality control

复方苦参肠炎康片由苦参、黄连、黄芩、白芍、车前子、金银花、甘草、颠茄流浸膏 8 味中药组成。方中苦参清热燥湿<sup>[1-3]</sup>; 黄连、黄芩药材清热燥湿, 泻火解毒<sup>[4-7]</sup>; 白芍养血调经, 敛阴止

作者简介: 胡丹, 女, 主管药师 Tel: (0557)03049893 E-mail: 767533878@qq.com

汗, 柔肝止痛<sup>[8-9]</sup>; 车前子清热利尿通淋, 渗湿止泻<sup>[10-11]</sup>; 金银花清热解毒, 疏散风热<sup>[12-13]</sup>; 甘草清热解毒、调和诸药<sup>[14-15]</sup>。复方苦参肠炎康片现收于中国药典 2015 年版一部, 标准中以苦参中苦参碱和氧化苦参碱为含量测定指标成分, 对上述其他药材有效成分并未做出标准规定, 难以全面控制其内在质量。指纹图谱是基于多指标成分对中药制剂进行质量控制的有效手段。本研究建立了复方苦参肠炎康片的 HPLC 指纹图谱, 并同时测定京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵 8 个成分的含量, 旨在对复方苦参肠炎康片质量进行整体性评价和描述, 为全面控制该药质量提供科学依据。

## 1 材料

### 1.1 仪器

Waters e2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司, 配备 2 695 Alliance 四元梯度泵、2 695 Alliance 自动进样器、Empower3 色谱工作站、2 998 二极管阵列检测器); ABS-135S 型电子天平( $d=0.01$  mg, 瑞士梅特勒公司); KQ-500E 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); D115 烘箱(德国 Binder 公司)。

### 1.2 药品与试剂

复方苦参肠炎康片(通化东宝药业股份有限公司, 批号: 170502, 170805, 171021, 171103, 180421, 180623, 181005, 181220, 190105, 190214, 190502, 190423, 190612, 190125, 编号分别为 S1~S14, 规格为每片 0.4 g); 京尼平苷酸(批号: 111828-201805; 纯度: 98.1%)、绿原酸(批号: 110753-201817; 纯度: 96.8%)、苦参碱(批号: 110805-201709; 纯度: 98.7%)、氧化苦参碱(批号: 110780-201508; 纯度: 92.5%)、芍药苷(批号: 110736-201842; 纯度: 97.4%)、黄芩苷(批号: 110715-201821; 纯度: 95.4%)、盐酸小檗碱(批号: 110713-201814; 纯度: 86.7%)、甘草酸铵(批号: 110731-201720; 纯度: 97.7%); 1 mg 甘草酸铵相当于甘草酸为 0.979 5 mg)均购自中国食品药品检定研究院; 甲醇、乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); 其他试剂均为分析纯, 水为超纯水。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱为 Agilent TC-C<sub>18</sub> 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈(A)-0.05%磷酸溶

液(B), 梯度洗脱: 0~5 min, 5%(A), 5~10 min, 5%→10%(A), 10~20 min, 10%→20%(A), 20~30 min, 20%→35%(A), 30~40 min, 35%→50%(A), 40~50 min, 50%→60%(A), 50~60 min, 60%→5%(A); 流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长为 220 nm; 柱温为 30 ℃; 进样量为 10 μL。

### 2.2 溶液的制备

**2.2.1 混合对照品溶液** 精密称取京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵对照品各适量, 加甲醇超声处理(功率: 500 W, 频率: 40 kHz)使各对照品溶解, 配制成每 1 mL 含京尼平苷酸 27.01 μg、绿原酸 130.3 μg、苦参碱 794.8 μg、氧化苦参碱 473.7 μg、芍药苷 1 238 μg、黄芩苷 2 838 μg、盐酸小檗碱 1 769 μg、甘草酸铵 267.3 μg 的混合对照品储备液, 精密量取对照品储备液 3 mL 置 25 mL 棕色量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 室温避光保存, 备用。

**2.2.2 供试品溶液** 取本品 10 片, 除去糖衣, 精密称定, 研细, 取 0.6 g, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加入三氯甲烷 20 mL、浓氨试液 2 mL, 超声处理(功率 500 W, 频率 40 kHz)30 min, 放冷, 用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

### 2.3 HPLC 指纹图谱的建立及方法学验证

**2.3.1 仪器精密度试验** 取同一批样品(批号: 170502)的供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件连续进样 5 针, 记录色谱图, 以黄芩苷为参照峰, 结果各共有峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 分别为 0.21%~0.89%和 0.63%~1.02%, 均<2%, 表明仪器精密度良好。

**2.3.2 稳定性试验** 取同一批样品(批号: 170502)的供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件分别在 0, 6, 12, 18, 24, 36, 48 h 进样, 记录色谱图, 以黄芩苷为参照峰, 结果各共有峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 分别为 0.71%~1.19%和 0.38%~1.09%, 均<2%, 表明供试品溶液在 48 h 内稳定。

**2.3.3 重复性试验** 取同一批样品(批号: 170502), 按“2.2.2”项下方法制备 6 份供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件分析, 记录色谱图, 以黄芩苷为参照峰, 结果各共有峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 分别为 0.41%~1.29%和

0.81%~1.68%，均<2%，表明方法重复性良好。

**2.3.4 指纹图谱的建立及相似度分析** 取样品(S1~S14)，依照“2.2.2”项下方法分别制备14批供试品溶液，按“2.1”项下色谱条件对14批样品进样检测分析，记录色谱数据，将14批样品的色谱数据的CDF文件导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2012年A版)软件对14批样品的HPLC图谱进行分析，以S1的样品的图谱为参考图谱，时间窗宽度设为0.2 min，采用多点校正后自动匹配指纹图谱，并以中位数法生成对照图谱，建立复方苦参肠炎康片指纹图谱共有模式，结果见图1。14批样品与对照图谱的相似度分别为0.990, 0.977, 0.985, 0.953, 0.973, 0.954, 0.964, 0.934, 0.947, 0.965, 0.941, 0.976, 0.935, 0.967。其相似度均>0.9，说明复方苦参肠炎康片各批次与指纹图谱共有模式的相似度良好，质量较为稳定。

**2.3.5 共有峰指认** 采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2012年A版)对14批样品的HPLC图谱进行比较分析，以批号为170502(S1)样品的图谱为参考图谱，时间窗宽度设为0.2 min，采用多点校正后自动匹配指纹图谱，并以中位数法生成对照图谱，见图1。14批样品共有22个共有峰，在22个共有峰中，通过与对照品保留时间和紫外吸收光谱比对，指认出6号峰为京尼平苷酸、10号峰

为绿原酸、11号峰为苦参碱、14号峰为氧化苦参碱、15号峰为芍药苷、20号峰为黄芩苷、21号峰为盐酸小檗碱、22号峰为甘草酸铵。20号峰黄芩苷与相邻峰分离完全，峰面积适中，设为参照峰(S)。

## 2.4 多指标成分的含量测定研究

**2.4.1 系统适用性试验** 按“2.1”项下色谱条件分别精密吸取“2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液各10  $\mu\text{L}$  进样，结果各待测成分与前后峰分离度均>1.5，对称因子为1.04~1.22，理论板数以京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵峰计均>7700。色谱图见图2。

**2.4.2 线性关系考察** 分别精密吸取“2.2.1”项下混合对照品储备液1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0 mL置于25 mL量瓶中，加甲醇溶液稀释至刻度，摇匀，得系列混合对照品溶液，精密吸取上述系列混合对照品溶液按“2.1”项下色谱条件测定，记录色谱图。以质量浓度为横坐标( $x, \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )，峰面积为纵坐标( $y$ )进行线性回归，绘制各组标准曲线，计算回归方程和相关系数。结果表明：在试验范围内成良好的线性关系；将各对照品溶液逐级稀释后，以信噪比(S/N)约为10.0时的浓度为各成分的定量限( $n=3, \text{RSD}=0.69\%$ )。结果见表1。

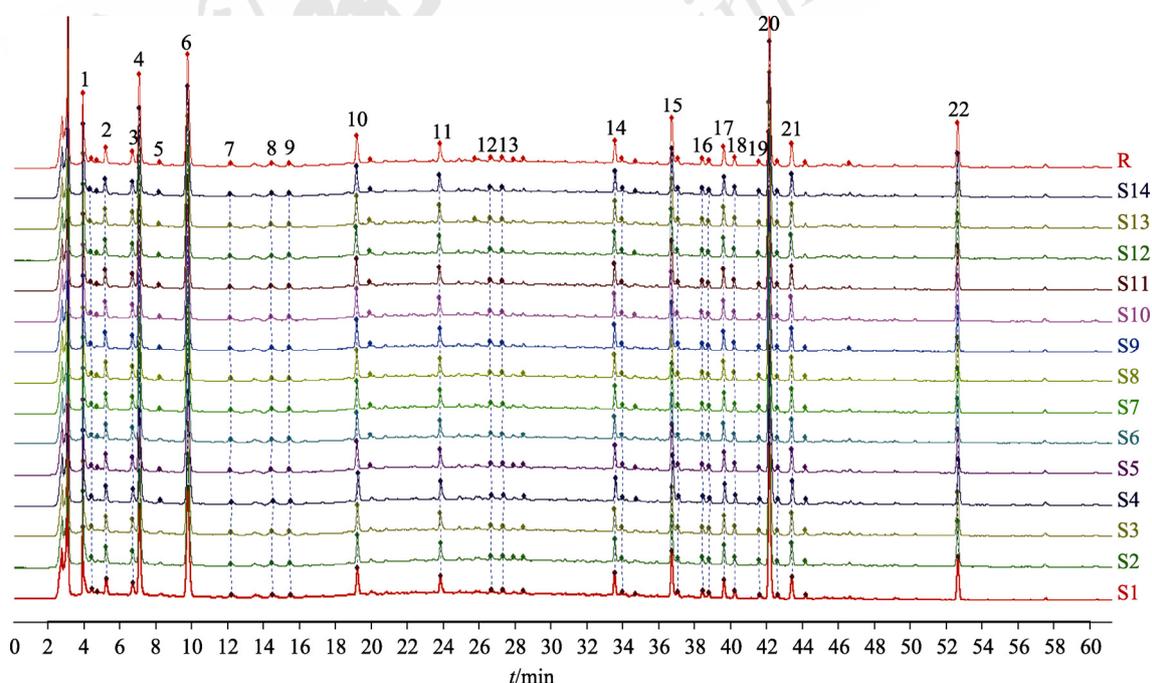


图1 14批样品HPLC叠加指纹图谱和共有峰图谱

Fig. 1 HPLC superposed fingerprints and common peak of 14 batches of samples

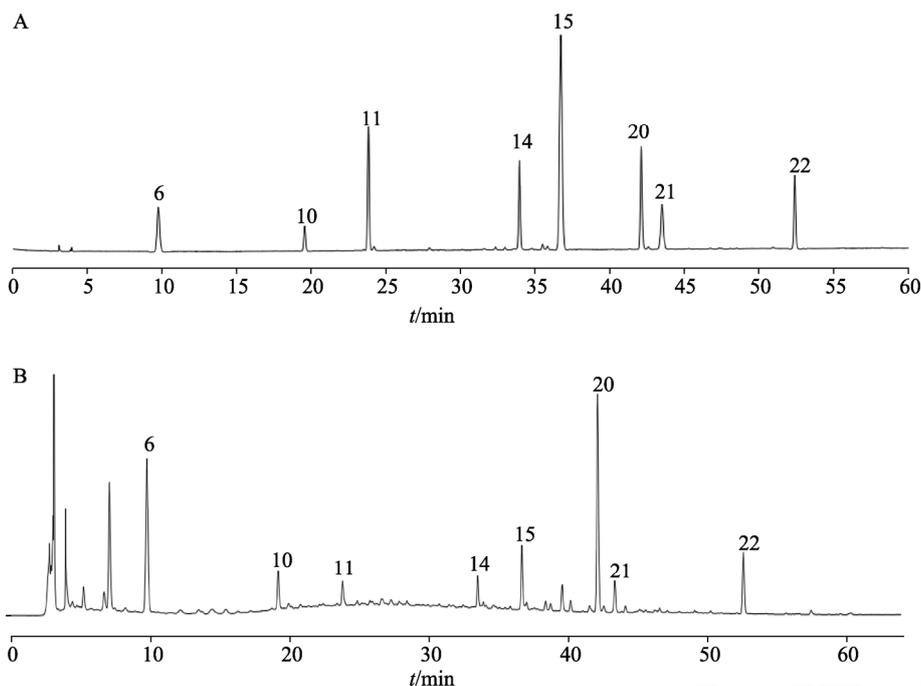


图2 高效液相色谱图

A-对照品溶液; B-供试品溶液; 6-京尼平苷酸; 10-绿原酸; 11-苦参碱; 14-氧化苦参碱; 15-芍药苷; 20-黄芩苷; 21-盐酸小檗碱; 22-甘草酸铵。

Fig. 2 HPLC chromatogram

A-standard solution; B-sample solution; 6-geniposidic acid; 10-chlorogenic acid; 11-matrine; 14-oxymatrine; 15-paeoniflorin; 20-baicalin; 21-berberine hydrochloride; 22-ammonium glycyrrhizinate.

表1 线性关系考察结果

Tab. 1 Results of linear range investigation

待测成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/ μg·mL <sup>-1</sup>	定量限/ μg·mL <sup>-1</sup>
京尼平苷酸	$y=403.2x+2.321$	0.999 8	1.080~9.723	0.867 0
绿原酸	$y=332.5x+4.021$	0.999 6	5.213~46.92	1.051
苦参碱	$y=326.3x+1.125$	0.999 4	18.95~170.5	1.123
氧化苦参碱	$y=512.3x+1.452$	0.999 7	31.79~286.1	1.021
芍药苷	$y=371.1x+4.023$	0.999 4	49.53~445.8	0.903 1
黄芩苷	$y=362.1x+3.251$	0.999 5	113.5~102.2	0.896 1
盐酸小檗碱	$y=4.241x+3.021$	0.999 6	70.77~636.9	1.063
甘草酸铵	$y=265.4x+3.211$	0.999 5	10.69~96.21	1.216

**2.4.3 仪器精密度试验** 精密吸取“2.2.1”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。结果京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵峰面积的 RSD 分别 0.79%, 1.02%, 0.96%, 0.85%, 0.76%, 0.89%, 1.01%, 0.97%, 1.02% ( $n=6$ ), 表明仪器精密度良好。

**2.4.4 稳定性试验** 取同一批次样品(批号: 170502)的供试品溶液, 分别于制备后 0, 6, 10, 15, 30, 48 h 按“2.1”项下色谱条件进样测定, 记录峰面积。结果京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘

草酸铵峰面积的 RSD 分别为 0.87%, 0.69%, 0.96%, 1.03%, 0.69%, 0.72%, 0.87%, 0.91%, 1.03% ( $n=6$ ), 表明供试品溶液 48h 内稳定性良好。

**2.4.5 重复性试验** 取同一批次样品(批号: 170502)的供试品溶液, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 共 6 份, 再按“2.1”项下色谱条件进样测定, 记录色谱图, 按外标法计算复方苦参肠炎康片中上述 8 个成分含量及其 RSD 值。结果京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵含量的平均值分别为 0.2634, 1.256, 4.752, 8.021, 12.53, 28.54, 17.56, 2.654 mg·g<sup>-1</sup>, RSD 分别 0.59%, 0.77%, 0.88%, 1.02%, 1.21%, 0.69%, 0.91%, 1.02% ( $n=6$ ), 表明方法重复性良好。

**2.4.6 加样回收率试验** 取已知含量的复方苦参肠炎康片(批号: 170502)细粉, 精密称取 0.3 g, 分别置 25 mL 量瓶中, 共 6 份, 分别加入“2.2.1”项下混合对照品储备液 3.0 mL, 按“2.2.2”项下方法制备, 再按“2.1”项下色谱条件进样测定, 记录色谱图, 计算各成分加样回收率及其 RSD 值, 结果京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵的平均

加样回收率分别为 98.6%, 99.0%, 98.4%, 98.7%, 98.8%, 99.1%, 98.9%, 98.8%, RSD 分别为 0.55%, 1.02%, 0.79%, 0.67%, 0.54%, 0.63%, 0.69%, 0.77%(n=9)。

**2.4.7 样品测定** 取复方苦参肠炎康片 14 批, 按“2.2.2”项下方法, 平行制备 3 份, 按“2.1”项下色谱条件测定, 记录京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵的峰面积, 代入“2.4.2”项下线性关系考察回归方程计算复方苦参肠炎康片中上述 8 个成分含量。结果 14 批样品中京尼平苷酸含量为 0.216 3~0.285 6 mg·g<sup>-1</sup>、绿原酸的含量为 1.063~1.402 mg·g<sup>-1</sup>、苦参碱的含量为 4.324~5.231 mg·g<sup>-1</sup>、氧化苦参碱的含量为 7.635~8.365 mg·g<sup>-1</sup>、芍药苷的含量为 11.63~13.68 mg·g<sup>-1</sup>、黄芩苷的含量为 27.18~32.24 mg·g<sup>-1</sup>、盐酸小檗碱的含量为 15.64~19.02 mg·g<sup>-1</sup>、甘草酸铵的含量为 2.247~3.129 mg·g<sup>-1</sup>, RSD 分别为 8.3%, 8.26%, 7.7%, 5.0%, 2.5%, 4.3%, 5.2%, 5.1%, 11.1%, 说明同一厂家不同批次质量存在一定差异。结果见表 2。

### 3 讨论

#### 3.1 检测波长的选择

本研究在 190~400 nm 波长段扫描供试品溶液, 结果在 280 nm 和 220 nm 波长处色谱峰信息较多, 但是 280 nm 波长处色谱峰基线不平稳,

220 nm 波长处各色谱峰与相邻色谱峰分离完全, 基线平稳, 目标成分京尼平苷酸、绿原酸、苦参碱、氧化苦参碱、芍药苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、甘草酸铵色谱峰响应值适中, 故本研究分析波长选择 220 nm 作为最终测定波长。

#### 3.2 流动相的选择

参考复方苦参肠炎康片含量测定流动相系统<sup>[16-17]</sup>, 分别考察乙腈-磷酸水溶液和甲醇-磷酸水溶液流动相系统, 结果乙腈-磷酸水溶液作为流动相各色谱峰分离度效果最好, 检出峰数量较多, 峰信号强度也比其他系统高, 进而考察不同浓度磷酸水溶液(0.2%, 0.1%, 0.05%)对色谱峰信息的影响, 均能得到较好结果, 因此流动相确定为低浓度的磷酸溶液(0.05%)-乙腈梯度洗脱, 既可以使峰良好的分离又可以延长色谱柱的使用寿命。

#### 3.3 提取方法的选择

提取方法考察了加热回流提取法和超声提取法, 结果显示, 2 种提取方法对色谱峰信息无显著性影响, 但超声提取法效率高, 且操作简便, 故选取超声提取法作为供试品溶液的提取方法。在此基础上, 再考察不同提取溶媒(三氯甲烷、50% 甲醇、乙醇)的提取效果, 结果供试品用三氯甲烷提取较充分, 故选用三氯甲烷提取、甲醇作为稀释溶剂对样品进行处理。

表 2 复方苦参肠炎康片中 8 个成分含量的结果(n=3)

批号	京尼平苷酸	绿原酸	苦参碱	氧化苦参碱	芍药苷	黄芩苷	盐酸小檗碱	甘草酸铵
170502	0.263 4	1.256	4.752	8.021	12.53	28.54	17.56	2.654
170805	0.253 1	1.302	4.562	8.125	11.63	30.25	18.25	3.025
171021	0.236 7	1.247	4.862	7.925	12.69	29.53	17.21	2.354
171103	0.225 3	1.223	4.923	7.851	12.87	27.18	19.02	2.247
180421	0.285 6	1.362	5.021	7.635	11.98	28.46	18.63	2.415
180623	0.271 2	1.125	5.124	7.685	13.24	27.58	18.01	2.364
181005	0.261 9	1.063	4.754	8.215	13.02	30.29	17.69	2.895
181220	0.250 1	1.236	5.002	8.032	13.68	31.06	16.87	3.124
190105	0.243 2	1.402	4.742	8.115	12.24	29.68	15.64	3.025
190214	0.232 4	1.382	4.324	8.365	12.69	30.29	16.39	3.129
190502	0.216 3	1.296	5.231	7.956	13.02	31.62	17.21	2.852
190423	0.220 3	1.321	5.021	7.812	13.37	32.24	18.24	2.691
190612	0.234 5	1.214	5.102	8.053	13.02	31.25	18.02	2.705
190125	0.230 5	1.169	4.986	8.121	12.98	31.41	17.52	2.514
RSD/%	8.3	7.7	5.0	2.5	4.3	5.2	5.1	11.1

### 3.4 测定结果分析

本研究运用 HPLC 测定了 14 批次复方苦参肠炎康片的指纹图谱, 并采用“中药色谱指纹图谱相似度评价软件”(2012 A 版本)建立了该制剂指纹图谱的共有模式, 结果显示不同批次间的复方苦参肠炎康片的相似度为 0.934~0.990, 表明其质量较稳定。选取 8 个成分作为该制剂的指标性成分进行质量控制, 14 批次复方苦参肠炎康片含量测定结果 RSD 为 2.5%~11.1%, 表明不同批次间的含量存在一定的差异, 可能与不同产地、不同采收年限、不同采收期的药材投料有关, 建议加强对药材的相关性指标成分的含量进行检测, 并同时严格控制提取生产工艺参数。

本研究在建立 HPLC 指纹图谱质控方法的基础上, 建立了复方苦参肠炎康片中 8 个共有峰同时定量测定的方法, 尽可能全面地表现出该复方制剂的内在质量, 所建立的方法快速准确, 简便高效, 重复性好, 可作为复方苦参肠炎康片质量控制和评价的方法。

### REFERENCES

- [1] NIU T Z, CHEN S L, WANG H F, et al. Simultaneous determination of seven constituents in compound Kushen Injection with quantitative analysis of multi-components by single-marker [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2019, 36(10): 1187-1192.
- [2] CHANG C R, LU P Z, LONG Q D, et al. Research on contents alkaloids and HPLC fingerprints of different processed *Sophora flavescens* Ait [J]. Chin J Ethnomed Ethnopharm(中国民族民间医药), 2018, 27(4): 14-17.
- [3] XIA Y, MAO F L, XIANG S, et al. Determination of three alkaloids in wine-processed *Sophora flavescens* by HPLC [J]. China Pharm(中国药师), 2018, 21(1): 146-148.
- [4] 白吉庆. 陕西道地药材: 黄芩[J]. 现代中医药, 2019, 39(4): 147.
- [5] ZHANG C G, TANG J Y, YU C C, et al. Extraction, purification and determination of five alkaloids in Rhizome *Coptidis* [J]. Mod Chin Med(中国现代中药), 2018, 20(9): 1146-1149, 1156.
- [6] 中国药典. 一部[S]. 2015: 934.
- [7] ZHOU K Y, HU Y, YANG M, et al. Baicalin improves cognitive function by delaying senescence and regulating autophagy activity in Tau transgenic mice [J]. Chin J New Drugs(中国新药杂志), 2019, 28(1): 65-72.
- [8] LIU P, WU Y H, CHEN Y Z, et al. Study on quality standard of Radix Paeoniae Alba in Xiao'er Kang granules [J]. Chin J Med Guid(中国医药导刊), 2018, 20(10): 623-626.
- [9] CHENG S Y, ZHANG Y Z, HU C, et al. Quality analysis of Paeoniae Radix Alba and its slices [J]. Strait Pharm J(海峡药学), 2018, 30(7): 26-31.
- [10] 常敬娟, 余海峰, 周荣, 等. 北美车前种子中三种活性成分的含量测定[J]. 时珍国医国药, 2019, 30(2): 317-318.
- [11] TIAN W, ZHEN Y Q, FAN S S, et al. Simultaneous determination of geniposidic acid, caffeic acid, acteoside and isoacteoside in Plantaginis Semen Formula granules by HPLC [J]. Chin Pharm J(中国药理学杂志), 2018, 53(2): 140-144.
- [12] ZHU M, WEI H Z, JIN H X, et al. Content determination and fingerprint of Lonicera Japonica Formula granules and standard decoctions [J]. Nat Prod Res Dev(天然产物研究与开发), 2019, 31(1): 110-115.
- [13] NING E J, LI Z H, CHEN L, et al. Determination of seven components in Lonicerae Japonicae Flos standard decoction by QAMS [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2019, 36(17): 2154-2159.
- [14] YANG S, YUAN J, YANG C, et al. Content determination and quality analysis of Polygalae Radix and Glycyrrhizae Radix et Rhizoma in Fufang Jieqeng Zhike Pian [J]. Chin J Exp Tradit Med Formulae(中国实验方剂学杂志), 2019, 25(21): 155-161.
- [15] LI J, LI X, CAO M M, et al. Research progress in pharmacological actions of liquorice and proportion of couplet medicines in combination [J]. Shanghai J Tradit Chin Med(上海中医药杂志), 2019, 53(7): 83-87.
- [16] YAN Y, QIN B, WANG T J, et al. Simultaneous determination of four active ingredients in Fufang Kushen Changyankang tablets by HPLC [J]. Food Drug(食品与药品), 2018, 20(5): 355-358.
- [17] 刘莹, 孟庆妍, 翟宏宇. HPLC 法同时测定复方苦参肠炎康片中苦参碱和氧化苦参碱的含量[J]. 长春中医药大学学报, 2011, 27(5): 842-843.

收稿日期: 2019-08-15

(本文责编: 曹粤锋)