

## UPLC 法同时测定炎可宁片中 13 个成分含量

董晓茜<sup>1</sup>, 鄢长余<sup>2</sup>, 马进<sup>1\*</sup>

(1. 辽宁省中医药研究院(辽宁中医药大学附属第二医院), 沈阳 110034; 2. 大连市检验检测认证技术服务中心, 大连 116021)

**摘要** 目的: 采用超高效液相色谱法同时测定炎可宁片中黄柏碱、黄连碱、黄芩苷、巴马汀、小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚 13 个成分含量。方法: 采用 Agilent Eclipse Plus - C<sub>18</sub> (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱, 以乙腈 - 0.1% 磷酸水为流动相, 梯度洗脱, 流速 0.3 mL · min<sup>-1</sup>, 测定波长 210、254 nm, 柱温 40 °C。结果: 盐酸黄柏碱、盐酸黄连碱、黄芩苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的线性范围分别为 0.97 ~ 48.63、0.95 ~ 47.52、0.86 ~ 43.15、0.86 ~ 43.19、0.89 ~ 44.37、1.00 ~ 49.84、1.02 ~ 51.01、0.97 ~ 48.31、0.99 ~ 49.50、1.04 ~ 51.80、1.00 ~ 50.04、1.00 ~ 49.80、1.01 ~ 50.64 μg · mL<sup>-1</sup>; 平均回收率 (n=6) 分别为 95.2%、96.7%、98.3%、94.1%、95.9%、97.6%、99.2%、96.6%、95.5%、97.2%、97.0%、97.8%、98.7%, RSD 均 < 2.0%。3 批样品中上述 13 个成分的含量分别为 1.367 ~ 1.488 (以盐酸黄柏碱计)、0.378 ~ 0.412 (以盐酸黄连碱计)、4.611 ~ 5.505、0.324 ~ 0.407 (以盐酸巴马汀计)、3.665 ~ 3.878 (以盐酸小檗碱计)、1.107 ~ 1.682、0.392 ~ 0.941、0.076 ~ 0.105、0.097 ~ 0.116、1.059 ~ 1.213、0.149 ~ 0.167、0.213 ~ 0.239、0.047 ~ 0.059 mg · g<sup>-1</sup>。结论: 该方法准确, 分析效率高, 重复性好, 适用于炎可宁片的质量控制。

**关键词:** 炎可宁片; 超高效液相色谱法; 消炎止痛; 黄柏碱; 黄连碱; 黄芩苷; 巴马汀; 小檗碱; 汉黄芩苷; 黄芩素; 芦荟大黄素; 大黄酸; 汉黄芩素; 大黄素; 大黄酚; 大黄素甲醚; 含量测定; 质量控制

中图分类号: R 917 文献标识码: A 文章编号: 0254 - 1793 (2024) 07 - 1195 - 07  
doi: 10.16155/j.0254 - 1793.2023 - 0639

Simultaneous determination of 13 components in  
Yankening tablets by UPLCDONG Xiao - qian<sup>1</sup>, YAN Chang - yu<sup>2</sup>, MA Jin<sup>1\*</sup>

(1. Liaoning Institute of Traditional Chinese Medicine (The Second Hospital Affiliated to Liaoning University of Traditional Chinese Medicine), Shenyang 110034, China; 2. Dalian Inspection and Certification Technical Service Center, Dalian 116021, China)

**Abstract Objective:** To establish an UPLC quantitative analysis method for the simultaneous determination of 13 components in Yankening tablets, including phellodendrine, coptisine, baicalin, palmatine, berberine, wogonoside, baicalein, aloe - emodin, rhein, wogonin, emodin, chrysophanol, physcion. **Methods:** Agilent Eclipse Plus C<sub>18</sub> (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm) column was used with acetonitrile - 0.1% phosphoric acid as mobile phase, and gradient elution at a flow rate of 0.3 mL · min<sup>-1</sup>. The detection wavelengths were 210 nm and 254 nm. The column temperature was 40 °C. **Results:** Phellodendrine hydrochloride, coptisine hydrochloride,

\* 通信作者 Tel: (024) 86803333 - 8213; E - mail: 18940158872@163.com

第一作者 Tel: (024) 86803333 - 8734; E - mail: dongxiaoqian\_405@163.com

palmatine hydrochloride, berberine hydrochloride, baicalin, wogonoside, baicalein, aloe-emodin, rhein, wogonin, emodin, chrysophanol, physcion showed good linear relationships within their concentration range of 0.97 – 48.63  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 0.95 – 47.52  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 0.86 – 43.15  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 0.86 – 43.19  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 0.89 – 44.37  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 1.00 – 49.84  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 1.02 – 51.01  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 0.97 – 48.31  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 0.99 – 49.50  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 1.04 – 51.80  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 1.00 – 50.04  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 1.00 – 49.80  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 1.01 – 50.64  $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ . The average recoveries ( $n=6$ ) were 95.2%, 96.7%, 95.9%, 98.3%, 94.1%, 97.6%, 99.2%, 96.6%, 95.5%, 97.2%, 97.0%, 97.8%, 98.7%, RSD values were all less than 2.0%. The contents of the 13 chemical components in 3 batches of samples were 1.367 – 1.488  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  (calculated as phellodendrine hydrochloride), 0.378 – 0.412  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  (calculated as coptisine hydrochloride), 4.611 – 5.505  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.324 – 0.407  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  (calculated as palmatine hydrochloride), 3.665 – 3.878  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$  (calculated as berberine hydrochloride), 1.107 – 1.682  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.392 – 0.941  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.076 – 0.105  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.097 – 0.116  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 1.059 – 1.213  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.149 – 0.167  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.213 – 0.239  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , 0.047 – 0.059  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ . **Conclusion:** The method is accurate, high analysis efficiency, good repeatability, it can be used to control the quality of Yankening tablets.

**Keywords:** Yankening; UPLC; anti-dysentery and anti-inflammatory; phellodendrine; coptisine; baicalin; palmatine; berberine; wogonoside; baicalein; aloe-emodin; rhein; wogonin; emodin; chrysophanol; physcion; determination; quality control

炎可宁片为临床常用的清热泻火及消炎止痢药物,用于治疗急性扁桃腺炎、细菌性肺炎、急性结膜炎、中耳炎等症,其处方由黄柏、大黄、黄芩、黄连、板蓝根 5 味药材组成。炎可宁片处方标准收载于卫生部部颁标准第七册<sup>[1]</sup>,包含性状、显微鉴别和化学反应。文献报道中对于炎可宁片各药味成分含量多为单成分测定,无法准确控制药品的质量,因此完善提高标准十分必要。前期报道,许学丽等<sup>[2]</sup>采用 HPLC 法测定可宁片中 9 个成分含量,高洪琳等<sup>[3]</sup>采用 HPLC 法同时测定炎可宁片中 6 个成分含量,张丹等<sup>[4]</sup>采用 UPLC-MS/MS 法测定炎可宁片中 5 个成分含量,尹永芹等<sup>[5]</sup>采用 HPLC 法测定炎可宁片中 5 个蒽醌类成分含量,黄燕萍<sup>[6]</sup>测定了炎可宁片中盐酸小檗碱、黄芩苷和汉黄芩素的含量,曹莺<sup>[7]</sup>测定炎可宁片中小檗碱和巴马汀的含量,古炳明等<sup>[8]</sup>采用 HPLC 法测定了炎可宁胶囊中 6 个成分含量,李亚等<sup>[9]</sup>对炎可宁片中各个成分的含量测定研究进展进行了总结。表明多成分含量测定逐渐成为一种能更好地评价和控制复方制剂中药材质量、投料比例的检测方法。因此本文结合前期报道中的各类化学成分,并参考测定黄芩、黄连、黄柏 3 种药材的相关文献中的梯度洗脱条件<sup>[10-14]</sup>,建立了超高效液相色谱

方法,在相同的色谱条件下测定炎可宁片中黄柏碱、黄连碱、黄芩苷、巴马汀、小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚 13 个成分含量,可以进一步提高炎可宁片的质量控制标准。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

Waters 2998 ACQUITY UPLC 系统(配 PDA 检测器)(沃特世公司);Agilent Eclipse Plus C<sub>18</sub>(100 mm × 2.1 mm, 1.8  $\mu\text{m}$ )色谱柱;Sartorius BP221S(0.000 1 g)、Sartorius BP221D(0.000 01 g)电子天平(赛多利斯公司)。

### 1.2 试剂及样品

对照品盐酸黄柏碱(批号 111895 – 201805,纯度 94.9%)、盐酸黄连碱(批号 112026 – 201802,纯度 94.0%)、黄芩苷(批号 110715 – 201318,纯度 93.3%)、盐酸巴马汀(批号 110732 – 201913,纯度 85.7%)、盐酸小檗碱(批号 110713 – 202015,纯度 85.9%)、汉黄芩苷(批号 112002 – 201501,纯度 98.8%)、黄芩素(批号 111595 – 201808,纯度 97.9%)、芦荟大黄素(批号 110795 – 201308,纯度 97.8%)、大黄酸(批号 110757 – 201607,纯度

99.3%)、汉黄芩素(批号 111514 - 201706, 纯度 100.0%)、大黄素(批号 110756 - 201512, 纯度 98.7%)、大黄酚(批号 110796 - 201621, 纯度 99.2%)、大黄素甲醚(批号 110758 - 201415, 纯度 99.1%)均购买自中国食品药品检定研究院;甲醇、乙腈、磷酸均为色谱纯。收集炎可宁片 3 批(吉林玉仁制药股份有限公司, 批号 190502、180306、201005)。

## 2 方法与结果

### 2.1 溶液的配制

**2.1.1 混合对照品溶液** 精密称取各对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含盐酸黄柏碱 5  $\mu\text{g}$ 、盐酸黄连碱 10  $\mu\text{g}$ 、盐酸巴马汀 10  $\mu\text{g}$ 、盐酸小檗碱 30  $\mu\text{g}$ 、黄芩苷 20  $\mu\text{g}$ 、汉黄芩苷 15  $\mu\text{g}$ 、黄芩素 5  $\mu\text{g}$ 、芦荟大黄素 5  $\mu\text{g}$ 、大黄酸 5  $\mu\text{g}$ 、汉黄芩素 10  $\mu\text{g}$ 、大黄素 10  $\mu\text{g}$ 、大黄酚 20  $\mu\text{g}$ 、大黄素甲醚 5  $\mu\text{g}$  的混合溶液, 即得。

**2.1.2 供试品溶液**<sup>[15-16]</sup> 取去除包衣层的样品 20 片, 研细混匀后, 称取细粉约 2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加 70% 甲醇水 50 mL 后称量, 85  $^{\circ}\text{C}$  水浴连续加热回流 1 h, 室温下放冷, 用 70% 甲醇水补足减失的量, 滤过后即得。

**2.1.3 阴性样品溶液** 根据炎可宁片处方配伍比例, 配制 3 种阴性样品(依次为缺黄柏、黄连阴性样品; 缺黄芩阴性样品; 缺大黄阴性样品)。再分别按照“2.1.2”项下方法操作, 制备阴性样品溶液。

### 2.2 色谱条件<sup>[17-20]</sup>

采用 Agilent Eclipse Plus C<sub>18</sub> (100 mm  $\times$  2.1 mm, 1.8  $\mu\text{m}$ ) 色谱柱, 以乙腈(A) - 0.1% 磷酸水溶液为流动相, 进行梯度洗脱(0 ~ 3 min, 10%A  $\rightarrow$  15%A; 3 ~ 7 min, 15%A  $\rightarrow$  35%A; 7 ~ 10 min, 35%A; 10 ~ 15 min, 35%A  $\rightarrow$  45%A; 15 ~ 18 min, 45%A; 18 ~ 20 min, 45%A  $\rightarrow$  75%A; 20 ~ 25 min, 75%A  $\rightarrow$  90%A), 流速 0.3 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 双波长切换(0 ~ 6 min, 黄柏碱, 210 nm; 6 ~ 25 min, 其他 12 个成分, 254 nm)。柱温 40  $^{\circ}\text{C}$ , 进样量 1  $\mu\text{L}$ 。结果表明, 13 个成分分离度符合要求, 且无阴性样品干扰(图 1)。

### 2.3 方法学验证

**2.3.1 线性范围考察** 精密吸取“2.1.1”项下混合对照品溶液适量, 用甲醇逐级稀释成 5 个质量浓度的溶液, 按“2.2”项下条件进样测定, 记录色谱图, 以对照品质量浓度(X)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表 1。r 均 > 0.999, 表明各成

分在相应范围内线性关系良好。

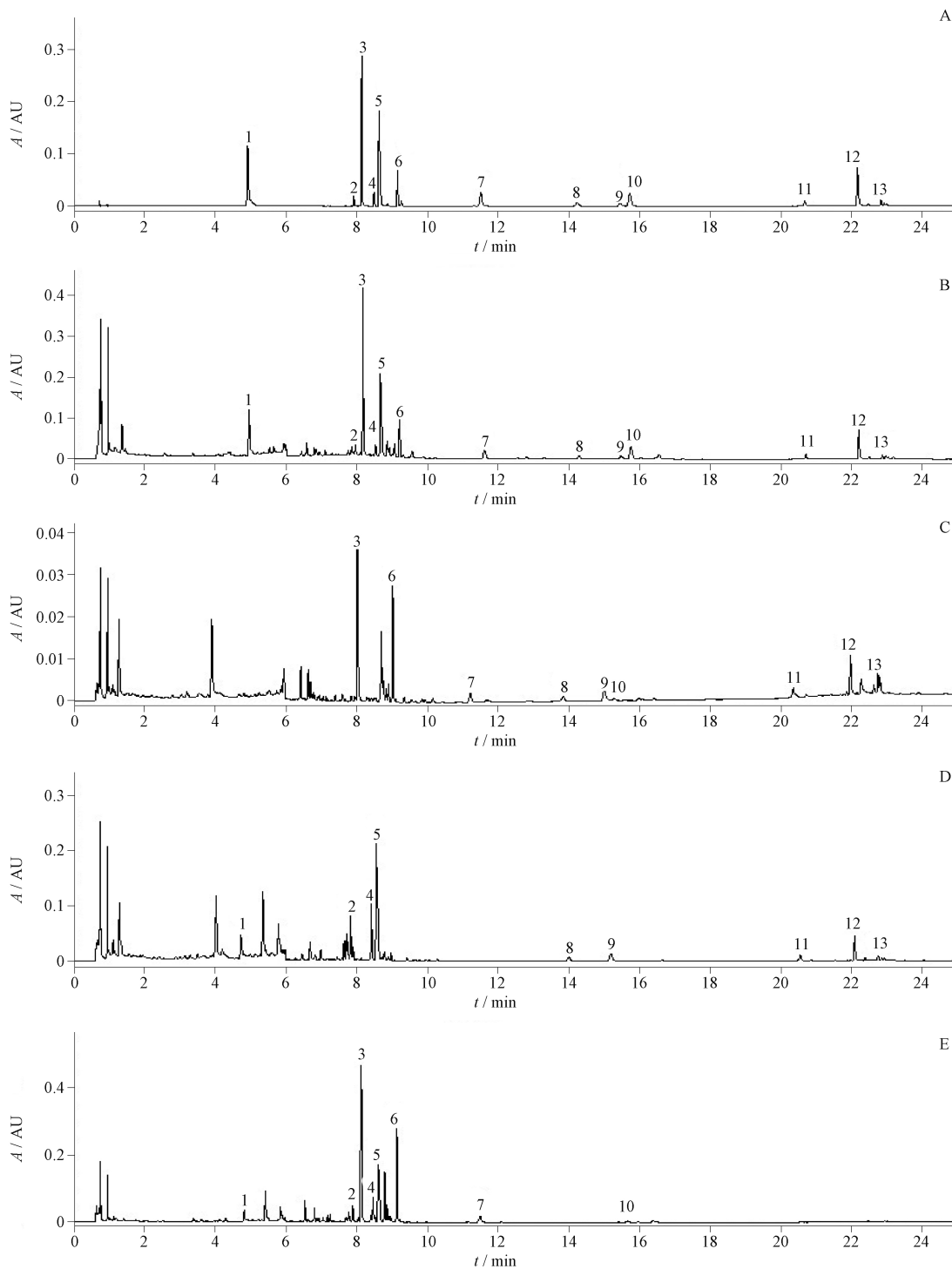
**2.3.2 精密度试验** 取炎可宁片样品(批号 180306), 按“2.1.2”项下方法制备成供试品溶液, 连续进样 6 次, 结果黄柏碱、黄连碱、黄芩苷、巴马汀、小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积的 RSD 分别为 0.52%、0.81%、0.37%、0.83%、0.35%、0.93%、0.83%、1.0%、0.86%、0.68%、0.63%、0.86%、1.1%, 表明仪器精密度良好。

**2.3.3 重复性试验** 取炎可宁片样品(批号 180306), 按“2.1.2”项下方法平行制备供试品溶液 6 份, 按“2.2”项下条件进样测定, 结果黄柏碱(以盐酸黄柏碱计)、黄连碱(以盐酸黄连碱计)、黄芩苷、巴马汀(以盐酸巴马汀计)、小檗碱(以盐酸小檗碱计)、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的平均含量分别为 1.452、0.381、5.523、0.331、3.602、1.252、0.403、0.094、0.104、1.082、0.154、0.223、0.062 mg  $\cdot$  片<sup>-1</sup>, RSD 分别为 0.75%、1.2%、0.58%、1.1%、0.98%、0.93%、1.2%、1.0%、1.1%、0.96%、1.0%、0.78%、1.0%, 表明本方法重复性良好。

**2.3.4 稳定性试验** 取炎可宁片样品(批号 180306), 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 分别在溶液制备后 0、4、8、12、24 h 进样测定, 结果黄柏碱、黄连碱、黄芩苷、巴马汀、小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积的 RSD 分别为 0.32%、0.74%、0.25%、0.67%、0.32%、0.48%、0.83%、1.0%、0.95%、0.79%、1.0%、1.0%、1.3%, 表明 13 个成分在 24 h 内稳定性良好。

**2.3.5 回收率试验** 精密称取各对照品, 分别加甲醇制成每 1 mL 含盐酸黄柏碱 0.477 3 mg、盐酸黄连碱 0.096 16 mg、黄芩苷 1.887 0 mg、盐酸巴马汀 0.858 7 mg、盐酸小檗碱 1.345 2 mg、汉黄芩苷 0.497 0 mg、黄芩素 0.099 50 mg、芦荟大黄素 0.051 59 mg、大黄酸 0.050 30 mg、汉黄芩素 0.250 2 mg、大黄素 0.050 58 mg、大黄酚 0.100 6 mg、大黄素甲醚 0.050 59 mg 的混合对照品溶液。

取已知含量的炎可宁片样品(批号 180306) 20 片(去除包衣), 研细, 取约 1 g, 精密称定。精密加入上述混合对照品溶液 10 mL, 水浴挥干溶剂, 按“2.1.2”项下方法制备供试溶液, 按“2.2”项下



1. 黄柏碱 (phellodendrine) 2. 酸黄连碱 (coptisine) 3. 黄芩苷 (baicalin) 4. 酸巴马汀 (palmatine) 5. 小檗碱 (berberine) 6. 汉黄芩苷 (wogonoside) 7. 黄芩素 (baicalein) 8. 芦荟大黄素 (aloe-emodin) 9. 大黄酸 (rhein) 10. 汉黄芩素 (wogonin) 11. 大黄素 (emodin) 12. 大黄酚 (chrysophanol) 13. 大黄素甲醚 (physcion)

A. 混合对照品溶液 (solution of mixed reference substances) B. 供试品溶液 (sample solution) C. 缺黄柏、黄连阴性样品溶液 (negative sample solution without *Phellodendri Chinensis Cortex* and *Coptidis Rhizoma*) D. 缺黄芩阴性样品溶液 (negative sample solution without *Scutellariae Radix*) E. 缺大黄阴性样品溶液 (negative sample solution without *Rhei Radix et Rhizoma*)

图 1 炎可宁片 UPLC 色谱图

Fig. 1 UPLC chromatograms of Yankening tablets

表 1 线性关系  
Tab. 1 Linear relationship

化合物 (compound)	回归方程 (regression equation)	<i>r</i>	线性范围 (linear range)/( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ )
盐酸黄柏碱(phellodendrine hydrochloride)	$Y = 16\ 489.08X - 25.55$	0.999 9	0.97 ~ 48.63
盐酸黄连碱(coptisine hydrochloride)	$Y = 10\ 216.06X - 19.67$	0.999 9	0.95 ~ 47.52
黄芩苷(baicalin)	$Y = 42\ 197.37X - 63.43$	0.999 8	0.86 ~ 43.15
盐酸巴马汀(palmatine hydrochloride)	$Y = 11\ 825.12X - 52.05$	0.999 9	0.86 ~ 43.19
盐酸小檗碱(berberine hydrochloride)	$Y = 43\ 662.12X + 29.19$	0.999 9	0.89 ~ 44.37
汉黄芩苷(wonoside)	$Y = 10\ 447.04X - 16.36$	0.999 9	1.00 ~ 49.84
黄芩素(baicalein)	$Y = 17\ 251.04X + 54.31$	0.999 9	1.02 ~ 51.01
芦荟大黄素(aloe-emodin)	$Y = 12\ 365.51X - 31.46$	0.999 9	0.97 ~ 48.31
大黄酸(rhein)	$Y = 13\ 474.14X - 33.15$	0.999 9	0.99 ~ 49.50
汉黄芩素(wogonin)	$Y = 11\ 104.17X - 14.78$	0.999 8	1.04 ~ 51.80
大黄素(emodin)	$Y = 12\ 028.78X - 50.07$	0.999 9	1.00 ~ 50.04
大黄酚(chrysophanol)	$Y = 12\ 353.72X + 22.71$	0.999 8	1.00 ~ 49.80
大黄素甲醚(phycion)	$Y = 12\ 434.09X - 23.48$	0.999 9	1.01 ~ 50.64

条件测定并计算回收率。结果盐酸黄柏碱、盐酸黄连碱、黄芩苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚的平均加样回收率( $n=6$ )分别为 95.2%、96.7%、95.9%、98.3%、94.1%、97.6%、99.2%、96.6%、95.5%、97.2%、97.0%、97.8%、98.7%、RSD 分别为 0.88%、0.59%、0.58%、1.2%、1.2%、0.46%、0.93%、1.0%、0.82%、1.2%、0.87%、0.94%、1.1%，

符合方法学要求。

#### 2.4 含量测定结果

取 3 批炎可宁片,每批称取平行样品 2 份,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.2”项下条件,进样 2 次进行分析,并按外标法计算含量(黄柏碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的含量分别以盐酸黄柏碱、盐酸黄连碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱计)。结果见表 2。

表 2 3 批样品含量测定结果  
Tab. 2 Content determination results of 3 batches of samples

化合物 (compound)	含量(content)/mg per tablet		
	lot No. 180306	lot No. 190502	lot No. 201005
盐酸黄柏碱(phellodendrine hydrochloride)	1.488	1.367	1.411
盐酸黄连碱(coptisine hydrochloride)	0.393	0.378	0.412
黄芩苷(baicalin)	5.505	4.735	4.611
盐酸巴马汀(palmatine hydrochloride)	0.324	0.407	0.368
盐酸小檗碱(berberine hydrochloride)	3.665	3.878	3.823
汉黄芩苷(wonoside)	1.235	1.682	1.107
黄芩素(baicalein)	0.392	0.941	0.608
芦荟大黄素(aloe-emodin)	0.088	0.105	0.076
大黄酸(rhein)	0.097	0.116	0.117
汉黄芩素(wogonin)	1.059	1.213	1.147
大黄素(emodin)	0.154	0.167	0.149
大黄酚(chrysophanol)	0.213	0.228	0.239
大黄素甲醚(phycion)	0.055	0.059	0.047

### 3 讨论

#### 3.1 测定波长的确认

采用 PDA 检测器在 200 ~ 400 nm 范围内对选定的黄柏碱、黄连碱、黄芩苷、巴马汀、小檗碱、汉黄芩苷、黄芩素、芦荟大黄素、大黄酸、汉黄芩素、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚 13 个指标性成分进行光谱扫描,结果显示,黄柏碱在其最大吸收波长 284 nm 处的紫外吸收过低,供试品溶液中黄柏碱峰面积小,无法满足定量的要求,为了保证定量计算的准确性,故选择 210 nm 作为其测定波长<sup>[9]</sup>,其他 12 个指标性成分在 254 nm 处均有较好的紫外吸收,因此最终确定以 210 nm 和 254 nm 作为测定波长。

#### 3.2 样品前处理方法的考察

本试验对提取溶剂和提取方法均进行了方法学考察。比较了 50% 甲醇水、70% 甲醇水、90% 甲醇水、甲醇 4 种溶剂的提取效率,通过对指标成分的含量、峰形、分离度、杂质等因素的综合考虑,确定用 70% 甲醇水作为提取溶剂。供试品溶液制备时,提取方法分别考察了超声处理和加热回流,结果表明采用加热回流提取有效成分,其效率高于超声处理;用 70% 甲醇分别加热回流提取 0.5、1 和 1.5 h,结果提取 1、1.5 h 高于 0.5 h 的含量,且提取 1.5 h 比 1 h 的含量并无明显差异,故选择加热回流提取 1 h 作为提取方法。

#### 3.3 结语

本方法采用 UPLC 法同时测定了黄柏、黄芩、大黄、黄连药材中的 13 个指标性成分,提取方法简单,可操作性强,在分离度良好的情况下,25 min 内完成 13 个指标性成分的分离,分析用时较短,与常规液相色谱分析相比,分析效率提高约 3 倍<sup>[2-3]</sup>,且色谱峰形好,阴性无干扰,本方法可以更有效地控制炎可宁片中 4 种中药材的质量。

#### 参考文献

[1] 卫生部药品标准. 中药成方制剂. 第七册[S]. 1993: 104  
Drug Specifications Promulgated by the Ministry of Public Health, PR China. Traditional Chinese Medicine Preparation. Vol VII[S]. 1993: 104

[2] 许学丽, 宋迪, 王洪明, 等. HPLC 法同时测定炎可宁片中 9 种成分的含量[J]. 食品与药品, 2020, 22(6): 490  
XU XL, SONG D, WANG HM, *et al.* Simultaneous determination of 9 components in Yankening tablets by HPLC[J]. Food Drug, 2020, 22(6): 490

[3] 高洪琳, 刘小兵, 肇鑫宇, 等. RP-HPLC 法同时测定炎可宁片中 6 种成分的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2014, 31(11): 885  
GAO HL, LIU XB, ZHAO XY, *et al.* Simultaneous determination of 6 effective components in Yankening tablets by RP-HPLC[J]. J Shenyang Pharm Univ, 2014, 31(11): 885

[4] 张丹, 岳磊. UPLC-MSMS 法同时测定炎可宁片中 5 种成分的含量[J]. 中医研究, 2020, 33(11): 66  
ZHANG D, YUE L. Determination of 5 compounds in Yankening tablets by UPLC-MSMS[J]. Tradit Chin Med Res, 2020, 33(11): 66

[5] 尹永芹, 严优苻, 沈志滨, 等. 炎可宁片中大黄 5 种蒽醌类成分的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(6): 122  
YIN YQ, YAN YS, SHEN ZB, *et al.* Determination the five kinds of rhubarb anthraquinones in Yankening tablets by HPLC[J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2010, 16(6): 122

[6] 黄燕萍. HPLC 法测定炎可宁片中盐酸小檗碱、黄芩苷和汉黄芩素的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(20): 97  
HUANG YP. Determination of berberine hydrochloride, baicalin and wogonin in Yankening tablets by HPLC[J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2012, 18(20): 97

[7] 曹莺. 高效液相色谱法同时测定炎可宁片中小檗碱和巴马汀的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2011, 31(14): 1222  
CAO Y. Simultaneous determination of berberine and palmatine in Yankening tablets by HPLC[J]. Chin J Hosp Pharm, 2011, 31(14): 1222

[8] 古炳明, 邹伟魁, 郑珊珊, 等. HPLC 法测定炎可宁胶囊中盐酸小檗碱、黄芩苷、大黄酸、大黄素、大黄酚和大黄素甲醚[J]. 现代药物与临床, 2021, 36(8): 1590  
GU BM, WU WK, ZHENG SN, *et al.* Determination of berberine hydrochloride, baicalin, rhein, emodin, chrysophanol, and emodin methyl ether in Yankening capsules by HPLC[J]. Drugs Clin, 2021, 36(8): 1590

[9] 李亚, 熊英, 黄鹏, 等. 炎可宁片含量测定方法的研究进展[J]. 临床合理用药, 2021, 14(11): 178  
LI Y, XIONG Y, HUANG P, *et al.* Research progress on the content determination method of Yankening tablets[J]. Chin J Clin Ration Drug Use, 2021, 14(11): 178

[10] 苏静华, 张超, 孙磊, 等. HPLC 法同时测定黄连上清片的黄芩-黄连-黄柏药对中 9 个指标性成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2015, 35(11): 1940  
SU JH, ZHANG C, SUN L, *et al.* Simultaneous determination of nine components in couplet medicine Scutellariae Radix-Coptidis Rhizoma-Phellodendri Chinensis Cortex of Huanglian Shangqing tablets by HPLC[J]. Chin J Pharm Anal, 2015, 35(11): 1940

[11] 姚远, 吕光辉. UPLC-MS/MS 法同时测定如意金黄散中 12 种化学成分的含量[J]. 中国药师, 2021, 24(9): 2335  
YAO Y, LÜ GH. Simultaneous determination of 12 components in Ruyi Jinhuang powder by UPLC-MS/MS[J]. China Pharm,

- 2021, 24(9): 2335
- [12] 高岩, 崔亚慧. 基于多成分同时定量清胃黄连丸质量研究[J]. 中药材, 2020, 43(8): 1946  
GAO Y, CUI YH. Simultaneous quantitative analysis of Qingwei Huanglian pills based on multiple components[J]. *J Chin Med Mater*, 2020, 43(8): 1946
- [13] 胡小祥, 陈新明, 何艳, 等. HPLC法同时测定通窍耳聋丸中7个成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2021, 41(8): 1381  
HU XX, CHEN XM, HE Y, *et al.* Simultaneous determination of seven constituents in Tongqiao Erlong pills by HPLC[J]. *Chin J Pharm Anal*, 2021, 41(8): 1381
- [14] 张凯, 韦杏. 复方金黄连颗粒中8种成分的含量测定及其主成分分析和聚类分析[J]. 中国药师, 2021, 24(3): 472  
ZHANG K, WEI X. Content determination of 8 constituents in Fufang Jinhuanglian granules and principal component and cluster analysis[J]. *China Pharm*, 2021, 24(3): 472
- [15] 李俊卿, 王金凤, 李占芳, 等. 基于指纹图谱和多成分含量测定的龙胆泻肝丸(水丸)质量研究[J]. 中国药事, 2021, 35(9): 1036  
LI JQ, WANG JF, LI ZF, *et al.* Quality study of Longdan Xiegan pill based on fingerprint analysis and quantitative analysis of multi-components[J]. *Chin Pharm Aff*, 2021, 35(9): 1036
- [16] 张也, 孙晓祝, 于淼, 等. 反相离子对-高效液相色谱法同时测定葛根芩连汤中13种有效成分及其在配伍机制研究中的应用[J]. 中草药, 2021, 52(16): 4852  
ZHANG Y, SUN XZ, YU M, *et al.* Simultaneous determination of 13 active components in Gegen Qinlian decoction by reversed-phase ion pair-high performance liquid chromatography and its application in compatibility mechanism exploration[J]. *Chin Tradit Herb Drugs*, 2021, 52(16): 4852
- [17] 王瑞芳, 郭海丽. HPLC同时测定喘舒片中的9种成分[J]. 华西药学杂志, 2021, 36(1): 69  
WANG RF, GUO HL. Simultaneous determination of nine constituents in Chuanshu tablets by HPLC[J]. *West China J Pharm Sci*, 2021, 36(1): 69
- [18] 唐乔. HPLC法测定百咳静颗粒中8个成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2021, 41(1): 147  
TANG Q. Simultaneous determination of eight components in Baikiejing granules by HPLC[J]. *Chin J Pharm Anal*, 2021, 41(1): 147
- [19] 吴芸, 叶慧, 陈骁鹏. HPLC同时测定川芎清脑颗粒中8种成分[J]. 中国现代应用药学, 2021, 38(6): 721  
WU Y, YE H, CHEN XP. Simultaneous determination of 8 components in Chuanxiong Qingnao granules by HPLC[J]. *Chin J Mod Appl Pharm*, 2021, 38(6): 721
- [20] 林林, 刘广楨, 于凤蕊, 等. 高效液相色谱法同时测定乙肝解毒胶囊中12种成分的含量[J]. 中国药学杂志, 2020, 55(7): 557  
LIN L, LIU GZ, YU FR, *et al.* Simultaneous determination of twelve constituents in Yigan Jiedu capsules by HPLC[J]. *Chin Pharm J*, 2020, 55(7): 557

(本文于2023年10月1日收到)