

HPLC法同时测定经典名方济川煎中 多成分的含量*

蔡楠^{1,2}, 曹宁宁¹, 张琬靖¹, 裴帅¹, 李晓璇¹, 肖学风¹, 刘昌孝³

(1. 天津中医药大学中药学院, 天津 301617; 2. 天士力控股集团有限公司研究院 现代中药开发中心, 天津 300410; 3. 天津药物研究院释药技术与药物代谢动力学国家重点实验室, 天津 300193)

摘要: [目的] 建立同时测定经典名方济川煎中松果菊苷、毛蕊花糖苷、藜本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸的 HPLC 方法, 为济川煎质量控制提供科学依据。 [方法] 采用 Waters WAT054275 C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液, 梯度洗脱; 流速 1.0 mL/min; 柱温: 30 ℃; 检测波长 310 nm; 进样量为 10 μL。 [结果] 松果菊苷、毛蕊花糖苷、藜本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸在 5.18~51.84 μg/mL ($r=0.999\ 6$)、3.60~36.00 μg/mL ($r=0.999\ 4$)、11.22~112.20 μg/mL ($r=0.999\ 6$)、20.80~208.00 μg/mL ($r=0.999\ 1$)、14.80~148.00 μg/mL ($r=0.999\ 9$)、0.98~9.80 μg/mL ($r=0.999\ 3$) 浓度范围内线性关系良好, 6 种测定成分的平均加样回收率分别为 100%、99.2%、99.0%、99.5%、99.4%、98.1%, RSD 分别为 0.95%、0.36%、0.56%、0.92%、1.11%、3.42%。 [结论] 该方法稳定、专属性强、灵敏度高、重复性好, 为经典名方济川煎的质量评价提供参考。

关键词: 经典名方; 济川煎; 多成分; 含量测定; HPLC

中图分类号: R284.2

文献标志码: A

文章编号: 1673-9043(2022)02-0232-05

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



经典名方是指目前广泛应用、疗效确切、具有明显特色与优势的清代及清代以前医药典籍中所记载的方剂。2018 年国家中医药管理局颁布了包括济川煎的 100 首古代经典名方^[1]。济川煎始载于明代张景岳《景岳全书》卷五十一^[2]。云:“凡病涉虚损, 而大便闭结不通, 则硝、黄攻击等剂必不可用, 若势有不得不通者, 宜此主之。当归三、五钱, 牛膝二钱, 肉苁蓉二、三钱, 泽泻一钱半, 升麻五分、七分或一钱, 枳壳一钱。水一盅半, 煎七八分, 食前服。”现代

研究参考《中国科学技术史一度量衡卷》中记载明代的药量折算, 按照一钱约为 3.73 g, 一分约为 0.373 g 计算, 一盅约为 200 mL, 且经典名方古今剂量折算原则专家共识中指出煎七、八分指煎一盅的 70%、80%^[3]。故称取当归 11.19 g, 牛膝 7.46 g, 肉苁蓉 7.462 g, 泽泻 5.60 g, 升麻 1.87 g, 枳壳 3.73 g, 加水 300 mL, 煮至 140~160 mL, 即得济川煎煎液。

济川煎由肉苁蓉、当归、牛膝、泽泻、枳壳、升麻 6 味中药组成, 方中肉苁蓉温肾助阳, 润肠通便, 为君药; 当归补血润燥, 润肠通便; 牛膝补益肝肾, 壮腰膝, 性善下行, 共为臣药; 枳壳破气消积, 化痰除满而助通便; 泽泻渗利小便而泄肾浊, 共为佐药; 升麻以升清阳, 清阳升则浊阴自降, 配合诸药, 以助通便之效, 为使药。诸药合用, 共奏温肾益精, 润肠通便之功^[4]。主治肾阳虚弱, 精津不足证, 如大便秘结, 小便清长, 腰膝酸软, 头目眩晕, 舌淡苔白, 脉沉迟等^[5]。现代药理研究表明, 济川煎具有促进胃肠蠕动、提高结肠动力、调节胃肠激素等作用^[6-7]。临床常用于治疗习惯性便秘、老年便秘、产后便秘等疾病, 偏于肾虚津亏肠燥者^[8-9], 疗效确切。故被列入《古代

* 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(81973557); 天津市自然科学基金重点项目(20JCZDJC00010); 国家科技重大专项(2018ZX09737-019); 国家科技重大专项(2018ZX09303-024)。

作者简介: 蔡楠(1984-), 女, 博士研究生在读, 中级工程师, 主要从事中药学研究。

通讯作者: 肖学风, E-mail: kai1219@163.com; 刘昌孝, E-mail: liuchangxiao@163.com。

引用格式: 蔡楠, 曹宁宁, 张琬靖, 等. HPLC 法同时测定经典名方济川煎中多成分的含量[J]. 天津中医药大学学报, 2022, 41(2): 232-236.

经典名方目录(第一批)》所载方剂之一。

目前,关于济川煎的研究主要集中在临床应用等方面,而有关济川煎的含量测定未见文献报道。中药质量是中药临床安全有效的基础^[10],因此,为更好地控制济川煎的质量,保证其药效,本研究建立同时测定济川煎中松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸含量的方法,为济川煎的质量控制提供依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器 岛津 LC-2030C 高效液相色谱仪(包括 LC-20AD 二元泵,CTO-20AC 柱温箱,SIL-20AC 自动进样器,UV 检测器,LabSolutions 工作站,日本岛津公司);KQ5200DE 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);TD10002C 电子天平(天津天马衡基仪器有限公司),XS105DU 分析天平(美国 METTLER TOLEDO 公司);TG16-WS 高速离心机(湘仪 CENCE 公司);LGJ-10F 真空冷冻干燥机(北京松源华兴科技发展有限公司);SHI-D(Ⅲ)循环水式真空泵(河南省予华仪器有限公司);30E2 煎药砂锅(潮州市潮安区康雅顺电器有限公司);Milli-Q 超纯水系统(美国 Millipore 公司)。

1.2 试剂与试药 乙腈、甲醇,色谱级,美国 Fisher 公司;实验用水为 Milli-Q 超纯水;对照品毛蕊花糖苷对照品(批号:111530-201914,纯度 95.2%)、松果菊苷对照品(批号:111670-201907,纯度 91.8%)、新橙皮苷对照品(批号:111857-201804,纯度 99.4%)、柚皮苷对照品(批号:110722-201815,纯度 91.7%)、异阿魏酸对照品(批号:111698-201904,纯度 99.3%)、藁本内酯对照品(批号:111737-201608,纯度 100%)均购自中国食品药品检定研究院。

当归、牛膝、肉苁蓉、泽泻、升麻、枳壳经天津中医药大学张坚副教授鉴定当归为伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.)Diels 的干燥根;牛膝为苋科植物牛膝 *Achyranthes bidentata* B1. 的干燥根;肉苁蓉为列当科植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma 的干燥带鳞叶的肉质茎;泽泻为泽泻科泽泻属植物泽泻 *Alisma plantago-aquatica* Linn. 的干燥块茎;升麻为毛茛科植物兴安升麻 *Cimicifuga dahurica* (Turcz.) Maxim. 的干燥根茎;枳壳为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种的干燥未成熟果实,以上饮片均符合 2020 版《中国药典》项下要求。饮片产地及批号具体见表 1。

表 1 饮片产地及批号

饮片名称	产地	批号	来源
当归	甘肃	18050688	康美药业股份有限公司
牛膝	河南	190404	亳州市京皖中药饮片厂
肉苁蓉	内蒙古	181201	安徽协和成药业饮片有限公司
泽泻	四川	18030804	四川省中兴药业有限公司
升麻	河北	18082506	北京御本堂安国中药饮片有限公司
枳壳	江西	190701	河北美威药业股份有限公司

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 混合对照品溶液的配制 精密称定松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸适量,加 50%乙腈制成浓度分别为 51.84、36.00、112.2、9.80、208.00、148.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合对照品储备液。分别精密量取 1、2、4、6、8、10 mL 储备液置 10 mL 容量瓶中,加 50%乙腈定容至刻度,摇匀,即得系列混合对照品溶液。

2.1.2 济川煎供试品溶液的制备 称取肉苁蓉 7.46 g,当归 11.19 g,牛膝 7.46 g,泽泻 5.60 g,枳壳 3.73 g,升麻 1.87 g,加水 300 mL,浸泡后煎煮至 160 mL,过滤,滤液冷冻干燥,得济川煎干膏粉。精密称取济川煎干膏粉 0.05 g,置 10 mL 容量瓶中,加 50%乙腈超声溶解并定容至刻度,离心,上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。

2.1.3 阴性供试品溶液的制备 分别称取缺肉苁蓉、当归、枳壳、升麻的处方量饮片,按“2.1.2”项下方法分别制备肉苁蓉阴性样品、当归阴性样品、枳壳阴性样品、升麻阴性样品溶液。

2.2 色谱条件 色谱柱:Waters WAT054275 C_{18} 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm,5 μm);流动相为乙腈-0.1%磷酸水溶液,梯度洗脱:0~3 min,12%乙腈;3~20 min,12%~14%乙腈;20~35 min,14%~18%乙腈;35~55 min,18%~22%乙腈;55~60 min,22%~26%乙腈;60~70 min,26%~35%乙腈;检测波长 310 nm;柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;流速:1 mL/min,进样量:10 μL ;洗脱时间为 85 min。

2.3 方法学考察

2.3.1 专属性考察 分别吸取空白溶剂(50%乙腈)、混合对照品溶液、阴性供试品溶液及济川煎供试品溶液适量,按“2.2”项下色谱条件测定,结果表明济川煎中各成分分离度均较好,且无阴性干扰。

2.3.2 线性关系考察 在“2.2”项色谱条件下,分别

吸取系列质量浓度的混合对照品溶液 10 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图及峰面积。以峰面积(Y)为纵坐标, 对照品质量浓度(X)为横坐标, 进行线性回归, 得到松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸的回归方程和线性范围, 结果见表 2。

表 2 6 种成分的回归方程、相关系数和线性范围

成分	回归方程	相关系数(r)	线性范围(μg/mL)
松果菊苷	$Y=13\ 102X-23\ 035$	0.999 6	5.18~51.84
毛蕊花糖苷	$Y=16\ 693X-16\ 510$	0.999 4	3.60~36.00
藁本内酯	$Y=1\ 891.5X-516.98$	0.999 6	11.22~112.20
柚皮苷	$Y=4\ 284.5X-19\ 744$	0.999 1	20.80~208.00
新橙皮苷	$Y=4\ 836.8X-16\ 474$	0.999 9	14.80~148.00
异阿魏酸	$Y=60\ 021X-17\ 457$	0.999 3	0.98~9.80

2.3.3 精密度实验 取“2.1.1”项下混合对照品溶液, 按“2.2”项下色谱条件连续进样 6 次, 以对照品峰面积计算, 松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸峰面积的 RSD 分别为 0.83%、0.59%、0.89%、0.88%、0.66%、0.67%, 结果表明仪器精密度良好。

2.3.4 稳定性实验 取同一批供试品溶液, 按“2.2”项下色谱条件, 分别在 0、2、4、8、12、24 h 进样, 测定松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸的峰面积, 并计算得 RSD 分别为 1.22%、1.03%、0.61%、0.56%、0.66%、1.88%, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.5 重复性实验 取同一批济川煎干膏粉, 按“2.1.2”项下方法平行制备 6 份济川煎供试品溶液。以“2.2”项下色谱条件进样, 测定松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸的峰面积, 并计算得 RSD 分别为 2.46%、1.78%、0.55%、0.59%、0.83%、1.16%, 表明方法重复性好。

2.3.6 加样回收率实验 取已知成分含量的同一批济川煎干膏粉 0.05 g, 精密称定 6 份, 分别按样品-对照品(1:1)的比例加入一定量的松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸对照品, 按“2.1.2”项下方法制备 6 份供试品溶液, 以“2.2”项下色谱条件进样, 计算济川煎供试品溶液中松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸的平均加样回收率分别为 100%、99.2%、99.0%、99.5%、99.4%、98.1%, RSD 分别为 0.95%、0.36%、0.56%、0.92%、1.11%、2.42%。

2.4 济川煎供试品中多成分含量测定 按处方量

分别称取上述饮片, 采用“2.1.2”项下方法平行制备 6 份济川煎供试品溶液, 按“2.2”项下色谱条件进行测定, 并计算济川煎供试品中松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷及异阿魏酸的含量, 结果见表 3。

表 3 济川煎供试品中多指标成分的含量

编号	含量(mg/g)					
	松果菊苷	毛蕊花糖苷	藁本内酯	柚皮苷	新橙皮苷	异阿魏酸
1	4.551 2	1.895 7	5.293 1	4.547 4	2.551 7	0.182 7
2	4.570 8	1.853 2	5.157 3	4.296 3	2.432 8	0.263 8
3	4.462 4	1.878 3	5.210 7	4.488 5	2.516 3	0.285 4
4	4.613 1	1.910 5	5.063 2	4.391 3	2.479 2	0.283 6
5	4.352 6	1.787 4	5.272 5	4.520 6	2.572 5	0.203 1
6	4.391 9	1.743 8	5.170 6	4.274 2	2.410 2	0.275 4
均值	4.490 3	1.844 8	5.194 6	4.419 8	2.493 8	0.249 0
SD	0.10	0.06	0.09	0.12	0.06	0.04

3 讨论

3.1 指标性成分的确认 经典名方的化学成分相对复杂, 药效的发挥并非单一有效成分的作用, 是多成分综合作用的结果^[1]。多指标成分含量测定是中药复方质量控制的基本标准, 达到临床用药有效、安全的目的。济川煎由肉苁蓉、当归、牛膝、泽泻、枳壳及升麻 6 味药材组成。从中医配伍方面, 济川煎 6 个测定成分包括君药肉苁蓉中松果菊苷和毛蕊花糖苷、臣药当归中藁本内酯、佐药枳壳中柚皮苷和新橙皮苷、使药升麻中异阿魏酸, 测定成分分别归属于济川煎“君臣佐使”配伍药材中, 充分体现中医的配伍组方特色。从药效方面, 济川煎君药肉苁蓉含有苯乙醇苷类成分松果菊苷、毛蕊花糖苷, 具有改善肠道菌群、提高免疫等作用^[12-13]。臣药当归含有挥发性成分藁本内酯, 具有调节胃肠功能、调节免疫等作用^[14-16]。佐药枳壳含有黄酮类成分柚皮苷、新橙皮苷, 能加速胃肠蠕动、调节胃肠功能等作用^[17]。使药升麻含有酚酸类成分异阿魏酸, 具有抗病毒、抗炎等作用^[18], 测定成分药效作用与济川煎治疗习惯性便秘、老年便秘、产后便秘疾病, 滋补肾阳、润肠通便功效基本相符, 能反映济川煎的药效物质基础。而方中牛膝中 β-蜕皮甾酮、泽泻中 23-乙酰泽泻醇 B 和 23-乙酰泽泻醇 C 成分含量低且水溶性差, 水煎煮后导致其含量降低, 不易测出。

综上, 从济川煎中医配伍和药效两方面分析, 确认既归属于“君臣佐使”配伍药材中, 又体现调节免疫、改善肠道菌群、调节胃肠道药效作用的 6 个

测定成分,即松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷、异阿魏酸,作为济川煎质量控制的指标性成分。

3.2 色谱条件优化 由于色谱条件中检测波长和流动相对测定成分色谱峰的数量、峰形及分离度影响较大,需优化检测波长和流动相。首先考察检测波长,2020年版《中国药典》规定的肉苁蓉测定成分松果菊苷和毛蕊花糖苷的检测波长为330 nm、枳壳测定成分柚皮苷和新橙皮苷的检测波长为283 nm、升麻测定成分异阿魏酸的检测波长为316 nm。文献中记载肉苁蓉中松果菊苷和毛蕊花糖苷的检测波长为310 nm、当归中藁本内酯检测波长为260 nm。故考察不同检测波长260、283、310、316、330 nm对测定成分色谱峰的峰高和数量影响,结果发现,济川煎测定成分在310 nm检测波长下均能被检测,因此选择310 nm为济川煎的检测波长。其次,考察以甲醇-水、甲醇-0.1%磷酸水、乙腈-水、乙腈-0.1%磷酸水作为流动相对色谱峰的分离度及峰形影响,结果发现乙腈-0.1%磷酸水为流动相时,基线较稳定,各色谱峰之间分离度良好,色谱峰峰形最佳,因此选择乙腈-0.1%磷酸水为流动相。综上,济川煎的检测波长为310 nm;流动相为乙腈-0.1%磷酸水。

本研究建立同时测定济川煎中松果菊苷、毛蕊花糖苷、藁本内酯、柚皮苷、新橙皮苷和藁本内酯的HPLC法,该方法灵敏度高、稳定可靠、重复性好,可为济川煎的质量控制提供依据。

参考文献:

[1] 国家中医药管理局.关于发布《古代经典名方目录(第一批)》的通知[EB/OL]. <http://kjs.satcm.gov.cn/zhengcewenjian/2018-04-16/7107.html>, 2018-04-16.
National Administration of Traditional Chinese Medicine. Notice on publishing the Catalogue of Classical Formulas (First Batch) [EB/OL]. <http://kjs.satcm.gov.cn/zhengcewenjian/2018-04-16/7107.html>, 2018-04-16.

[2] 张景岳.景岳全书[M].太原:山西科学技术出版社,2006:393.
ZHANG J Y. Jingyue's complete works[M]. Taiyuan: Shanxi Scientific & Technical Publishers, 2006.

[3] 丘光明,邱隆,杨平,等.中国科学技术史-度量衡卷[M].北京:科学出版社,2001:413.
QIU G M, QIU L, YANG P, et al. History of Chinese science and technology-volume of weights and measures[M]. Beijing: Science Press, 2001:413.

[4] 叶东东.温阳通便法治疗肾阳虚便秘机理研究[D].太原:

山西省中医药研究院,2017.
YE D D. The mechanism study on kidney-*yang* deficiency and constipation cured by warming *yang* for relax bowels[D]. Taiyuan: Shanxi Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine, 2017.

[5] 霍冬梅.济川煎治疗脾肾阳虚型便秘的疗效分析[J].中国中医药现代远程教育,2016,14(13):87-88.
HUO D M. Analysis on the curative effect of Jichuan Decoction in the treatment of constipation of yang deficiency of spleen and kidney type [J]. Chinese Medicine Modern Distance Education of China, 2016, 14(13):87-88.

[6] 顾尽晖,何羽,汤灵娇,等.济川煎对结肠慢传输型便秘模型大鼠血浆SP、肠组织ICC与肠推动力等因素影响的研究[J].北京中医药,2018,37(5):410-414.
GU J H, HE Y, TANG L J, et al. Study of effects of Jichuan Decoction on plasma SP, ICC of intestinal tissue and intestinal motility of model rats with colon slow transit constipation [J]. Beijing Journal of Traditional Chinese Medicine, 2018, 37(5):410-414.

[7] 霍明东,张波,陈玉根.济川煎对“泻剂结肠”大鼠的治疗效果及作用机制研究[J].中国全科医学,2016,19(13):1598-1601.
HUO M D, ZHANG B, CHEN Y G. Therapeutic effect of Jichuan Decoction on rats with cathartic colon and its mechanism [J]. Chinese General Practice, 2016, 19(13):1598-1601.

[8] 毕夏.济川煎治疗老年便秘的配伍分析及临床观察[J].中国中医药现代远程教育,2020,18(14):60-61.
BI X. Compatibility analysis and clinical observation of Jichuan Decoction in the treatment of senile constipation [J]. Chinese Medicine Modern Distance Education of China, 2020, 18(14):60-61.

[9] 张双喜,张相安,安永康.济川煎对老年慢性功能性便秘患者胃肠功能、血清肠神经递质及肠道菌群的影响[J].中国实验方剂学杂志,2018,24(22):169-174.
ZHANG S X, ZHANG X A, AN Y K. Effect of Jichuan Decoction on gastrointestinal function, serum intestinal neurotransmitters and intestinal flora in elderly with chronic functional constipation [J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2018, 24(22):169-174.

[10] 黄广欣,龚苏晓,许浚,等.升麻研究进展及其质量标志物的预测分析[J].中草药,2020,51(10):2651-2660.
HUANG G X, GONG S X, XU J, et al. Research progress of *cimicifugae rhizoma* and prediction analysis on Q-marker [J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2020, 51(10):2651-2660.

[11] 孟岩,李焜仪,单家明,等.经典名方小承气汤物质基准

- 的 HPLC 指纹图谱分析[J].中国实验方剂学杂志,2021,27(4):130-136.
- MENG Y, LI W Y, SHAN J M, et al. HPLC fingerprint analysis of substance benchmark of Xiao Chengqi Tang[J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2021, 27(4):130-136.
- [12] 随家宁,李芳婵,郭勇秀,等.肉苁蓉化学成分、药理作用研究进展及其质量标志物预测分析[J].辽宁中医药大学学报,2021,23(1):191-196.
- SUI J N, LI F C, GUO Y X, et al. Review of chemical constituents, pharmacological effects and clinical applications of Roucongong (cistanches herba) and prediction and analysis of its Q-markers[J]. Journal of Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, 2021, 23(1):191-196.
- [13] FU Z F, HAN L F, ZHANG P, et al. Cistanche polysaccharides enhance echinacoside absorption in vivo and affect the gut microbiota[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2020, 149(7):732-740.
- [14] 赵静,夏晓培.当归的化学成分及药理作用研究现状[J].临床合理用药杂志,2020,13(6):172-174.
- ZHAO J, XIA X P. Research status of chemical constituents and pharmacological effects of Angelica sinensis[J]. Chinese Journal of Clinical Rational Drug Use, 2020, 13(6):172-174.
- [15] 孙敏,马清林,刘峰林,等.当归挥发油研究新进展[J].世界最新医学信息文摘,2019,19(16):56-58.
- SUN M, MA Q L, LIU F L, et al. New progress in the study of volatile oil from *Angelica sinensis*[J]. World Latest Medicine Information, 2019, 19(16):56-58.
- [16] 胡碧薇,初杰.藁本内酯实验研究进展[J].辽宁中医药大学学报,2014,16(1):215-217.
- HU B W, CHU J. Experimental research progress on ligustilide[J]. Journal of Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, 2014, 16(1):215-217.
- [17] 李陈雪,杨玉赫,冷德生,等.枳壳化学成分及药理作用研究进展[J].辽宁中医药大学学报,2019,21(2):158-161.
- LI C X, YANG Y H, LENG D S, et al. Research progress on chemical constituents and quality evaluation of *Fructus Aurantii*[J]. Journal of Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, 2019, 21(2):158-161.
- [18] 李爱珍.不同炮制方法对升麻中异阿魏酸含量的影响[J].中国中医药现代远程教育,2018,16(24):90-91.
- LI A Z. Effects of different processing methods on the content of isoferulic acid in *Rhizoma Cohosh*[J]. Chinese Medicine Modern Distance Education of China, 2018, 16(24):90-91.

(收稿日期:2021-12-24)

Simultaneous determination of multicomponent in classical herbal prescription Jichuan Decoction by HPLC method

CAI Nan^{1,2}, CAO Ningning¹, ZHANG Wanqing¹, PEI Shuai¹, LI Xiaoxuan¹, XIAO Xuefeng¹, LIU Changxiao³
(1. School of Chinese Materia Medica, Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 301617, China;
2. Traditional Chinese Medicine Research Center, Tasly Holding Group Co., Ltd., Tianjin 300410, China;
3. State Key Laboratory of Drug Delivery Technology and Pharmacokinetics, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China)

Abstract: [Objective] To establish an HPLC method for simultaneous determination of echinacoside, verbascoside, ligustilide, naringin, neohesperidin and isoferulic acid in Jichuan Decoction, and provide a scientific basis for its quality control. [Methods] The HPLC separation was performed on Waters WAT054275 C₁₈ chromatographic column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with gradient elution using the mobile phase consisting of 0.1% phosphoric acid solution and acetonitrile at the flow rate of 1.0 mL/min. The column temperature was 30 °C, detection wave-length was 310 nm and the injection volume was 10 μL. [Results] The calibration curve was liner within the range of 5.18~51.84 μg/mL ($r=0.999\ 6$) for echinacoside, 3.60~36.00 μg/mL ($r=0.999\ 4$) for verbascoside, 11.22~112.20 μg/mL ($r=0.999\ 6$) for ligustilide, 20.80~208.00 μg/mL ($r=0.999\ 1$) for naringin, 14.80~148.00 μg/mL ($r=0.999\ 9$) for neohesperidin, 0.98~9.80 μg/mL ($r=0.999\ 3$) for isoferulic acid, and the average recovery were 100%, 99.2%, 99.0%, 99.5%, 99.4%, and 98.1%; with RSD were 0.95%, 0.36%, 0.56%, 0.92%, 1.11%, and 3.42%. [Conclusion] The method is stable, highly specific, accurate, reproducible, and can provide reference for the quality evaluation of classical famous prescription Jichuan Decoction.

Keywords: classical famous prescription; Jichuanjan Decoction; multicomponent; determination of contents; HPLC