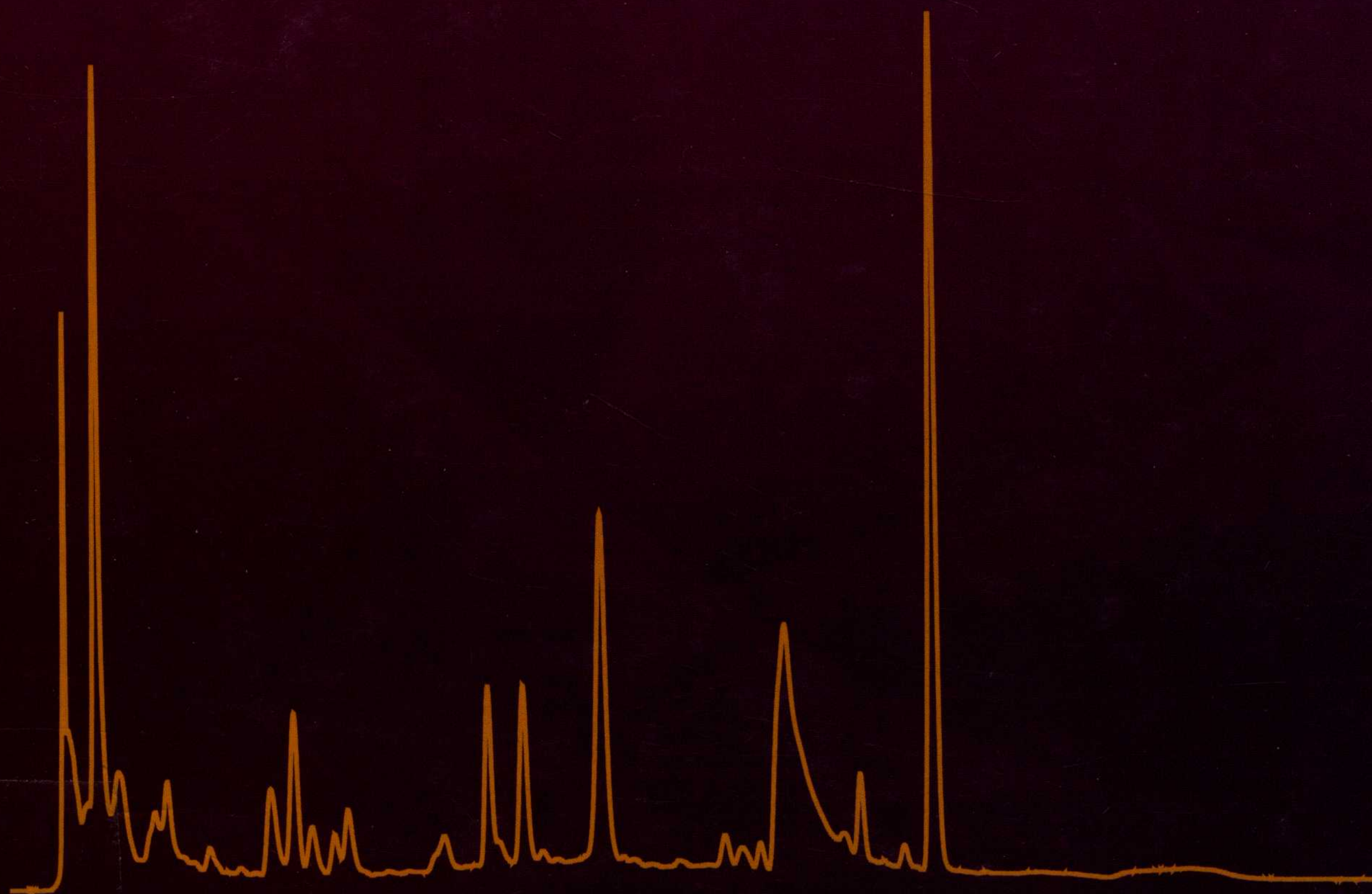


中药材高效液相色谱检定

——《中华人民共和国药典》(2015年版)
收载品种对应方法集

陈世忠 黄涛宏 主编

王弘 李月琪 副主编



化学工业出版社

中药材高效液相色谱检定

——《中华人民共和国药典》(2015年版)
收载品种对应方法集

陈世忠 黄涛宏 主 编
王 弘 李月琪 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书针对《中华人民共和国药典》(2015 年版) 中用高效液相色谱进行鉴别、检查和含量鉴定的中药材品种, 对药典收载的高效液相色谱方法进行了充实、优化, 详细介绍了药材高效液相色谱行为、色谱条件的选用、仪器配置、对照品和供试品的色谱图、定量标准曲线及重复性数据。本书方法实用、数据可靠, 读者可根据书中的方法重复实验。

本书可供高等院校、科研院所、制药企业从事药物合成、药物分析、中草药研究的研究人员, 全国各地药品检定所、检验检疫机构从事药品检验的技术人员以及药厂从事药品质量控制的技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

中药材高效液相色谱检定: 《中华人民共和国药典》
(2015 年版) 收载品种对应方法集/陈世忠, 黄涛宏主
编. —北京: 化学工业出版社, 2018.9

ISBN 978-7-122-32387-3

I. ①中… II. ①陈… ②黄… III. ①中药材-液相
色谱-中药鉴定学 IV. ①R282.5

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 127512 号

责任编辑: 傅聪智

装帧设计: 王晓宇

责任校对: 吴 静

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 中煤 (北京) 印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 28¼ 字数 697 千字 2018 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 180.00 元

版权所有 违者必究

编委会

主任委员：曹磊 端裕樹 [日]

委员（按姓氏汉语拼音排序）：

安海娟	曹磊	陈世忠	端裕樹 [日]
高慧	高雅宁	郭宁	韩雅
郝红元	何田	黄涛宏	冀峰
贾玮娟	黎翔	李月琪	刘丹霓
骆煜堃	牛亚茹	沈智星	童心
王岱东	王弘	王弯弯	王晓影
姚劲挺	张笑天	郑铎	周璐颖
祝付兰			

前言

中医是我国文化的宝贵遗产，是我国人民五千年防病治病的智慧结晶，中药材是中医治病防病的物质基础，有效地保障着我国人民的身体健康。长期以来，我国在中医药临床使用过程中积累了丰富的临床诊断和用药经验，建立了独有的理论体系，这些理论和经验不仅惠及我国人民，也惠及周边国家的人民，并逐步得到全世界的认可。

我国幅员辽阔、地理环境复杂多变，产区不同及采收加工方法不同等因素都可导致中药材质量的巨大差异，因此，中药材质量标准和评价研究对于保证药材质量和人民用药安全均具有十分重要的意义。自古以来，中药材质量评价方法都是依靠老药工的经验 and 感官评价，缺乏系统性和科学性。中华人民共和国成立后，国家对于中药材及成方制剂的质量给予高度重视，于1953年就颁布了《中华人民共和国药典》（以下简称《中国药典》），至今已修订9次。现行的2015年版《中国药典》与药典的最初版本相比，无论是收载品种的数量、标准的科学内容，还是采纳的方法和技术，都发生了巨大的变化，有效地保障了人民的用药质量和安全有效。纵观历次《中国药典》的修订，随着分析科学的不断发展，各种新的分析技术和方法不断被引入药物的质量标准中，如快速液相色谱技术、高效薄层色谱技术、薄层色谱-生物自显影技术、液相色谱-质谱技术、分子生物学检测技术、高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱技术等，极大地丰富了中药材质量分析手段。

《中国药典》2015年版共收载品种5608种。药典一部收载药材和饮片、植物油脂和提取物、成方制剂和单味制剂等，品种共计2598种。药典一部中药材和饮片占有非常重要的地位，共收载618种，其中325种药材和饮片采用高效液相色谱法进行鉴别、检查和含量测定，占全部收载药材和饮片的52.6%左右。高效液相色谱法已经成为药典中应用最为广泛的分析测试技术。

由于《中国药典》中药品的液相色谱测定方法仅规定了色谱柱填料的类型、流动相的组成和比例、检测波长和理论塔板数，未对填料的分类、粒径、色谱柱规格、流速、柱温等条件进行规定，这使得药品检验人员难于重现实验，仍需要进行色谱条件的摸索与确定。为满足广大医药生产企业、检验机构、科研单位和高等院校中检验和科研人员的需求，自2008年开始，岛津企业管理（中国）有限公司与北京大学合作，对《中国药典》收载品种的高效液相色谱法含量测定进行了系统研究，并于2013年编写出版了《中药材高效液相色谱检定——〈中华人民共和国药典〉（2010年版）收载品种对应方法集》，以期完善《中国药典》收载药材的高效液相色谱含量测定方法，为医药行业的检验人员、科研人员提供帮助。该书出版后获得普

遍好评，成为众多中药分析工作者的重要工具书和参考书，取得了良好的社会效益。在此基础上，以《中国药典》2015年版的颁布执行为契机，岛津企业管理（中国）有限公司和北京大学密切合作，根据读者对上版方法集的反馈意见和新版药典收载品种的增修订，特编写了本书。本书根据新版药典对部分中药材的测定方法重新进行了修订，增加了50余种中药材的高效液相色谱含量测定方法，以期为广大药物分析人员提供一部实用的参考书籍。

岛津企业管理（中国）有限公司长期以来致力于医药、食品、环境、医药等各领域分析技术的应用方法的开发，一直关注国内外药典法规政策。北京大学作为《中国药典》药材和饮片标准的研究制定单位，参加过历次《中国药典》收载品种的增修订工作，在中药材研究领域具有很高的学术地位。为了方便医药领域分析检验和科研人员能够更好地理解和掌握《中国药典》收载中药材和饮片的高效液相色谱方法，两个作者单位通力合作，发挥各自专长，为本书的成功出版打下坚实的基础。

本书针对《中国药典》2015年版收载的199种常用中药材的高效液相色谱方法进行了补充、优化，详细介绍了药材中待测成分的高效液相色谱行为、色谱条件的选用、对照品和样品的色谱图、标准曲线及重复性数据。读者依据书中给出的推荐使用条件范围或优化条件，采用相应的色谱柱，即可方便地重现书中的实验结果。

本书可供医药研究机构、高等院校和制药企业从事药物研究、分析和检验的人员，药品检定所、检验检疫机构从事药品检验的技术人员以及药厂从事药品质量控制的技术人员参考，也可供从事液相色谱分析的机构或人员，以及高等院校药学、中药学、制药工程及相关专业的师生参考使用。

本书在撰写过程中，我们充分听取了各方意见以及前版读者的建议，进行了多次修改，但限于水平，不足和欠妥之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2018年5月

目 录

一画

—

一枝黄花 001

二画

丁人儿

丁公藤 003

人参 005

人参叶 008

儿茶 010

三画

三千土大山千川广女小

三七 013

三棵针 016

干姜 018

土贝母 020

土荆皮 022

土茯苓 024

大叶紫珠 026

大青叶 028

大黄 030

大蒜 033

山茱萸 035

山楂叶 037

千里光 039

川乌 041

川射干 044

川芎 046

广枣 048

女贞子 050

小蓟 052

四画

王天木五车瓦牛

升化月丹乌巴水

王不留行 054

天麻 056

木瓜 058

木香 060

木贼 062

木通 064

五味子 066

五倍子 068

车前子 070

车前草 073

瓦松 075

牛蒡子 077

牛膝 079

升麻 081

化橘红 083

月季花 085

丹参 087

乌药 090

乌梅 093

巴豆 095

水飞蓟 097

五画

甘石龙北仙白冬玄母

甘草 099

石韦 101

石吊兰 103

龙胆 105

北刘寄奴 107

仙茅 110

白头翁 112

白芍 114

白芷 116

白屈菜 118

白鲜皮 120

冬虫夏草 122

冬凌草 124

玄参 126

母丁香 129

六画

地西当肉朱延血合决关安防红

地肤子 131

地黄 133

熟地黄 135

地榆 137

地锦草 139

西红花 141

西洋参 144

当归 147

肉苁蓉 149

肉桂 151

朱砂根 153

延胡索（元胡） 155

血竭 157

合欢花 159

决明子 161

关黄柏 163

安息香 166

防己 168

红花 171

红参 173

红景天 176

七画

赤芥苍芦苏杜杠连吴牡何

佛余辛羌沙补阿陈忍

赤芍 178

芥子 180

苍术 182

苍耳子 184

芦荟 186

苏合香 188

杜仲 190

杜仲叶 192

杠板归 194

连翘 196

吴茱萸 199
牡丹皮 202
何首乌 204
 制何首乌 208
佛手 210
余甘子 212
辛夷 214
羌活 216
沙苑子 218
沙棘 220
补骨脂 222
阿胶 224
陈皮 227
忍冬藤 229

八画

青苦枇板刺郁虎罗
垂使侧金狗泽细

青皮 232
苦地丁 234
苦杏仁 236
苦参 238
枇杷叶 240
板蓝根 243
刺五加 245
郁李仁 247
虎杖 249
罗布麻叶 253
罗汉果 255
垂盆草 257
使君子 260
侧柏叶 262
金荞麦 264
金钱草 266
金银花 268
狗脊 270
泽泻 272
细辛 274

九画

茜萆草胡南枳梔威厚
骨香独姜前首穿

茜草 277

萆薢 280
草豆蔻 282
胡芦巴 285
胡黄连 287
胡椒 289
南五味子 291
枳壳 293
枳实 295
梔子 297
威灵仙 299
厚朴 301
骨碎补 303
香加皮 305
香橼 307
独活 309
姜黄 311
前胡 313
首乌藤 315
穿山龙 317
穿心莲 319

十画

秦莱莲桂桔桃夏
柴徐高粉娑桑

秦艽 322
秦皮 324
莱菔子 327
莲子心 329
桂枝 331
桔梗 333
桃仁 335
夏天无 337
夏枯草 339
柴胡 341
徐长卿 343
高良姜 345
粉葛 347
娑罗子 349
桑叶 351

十一画

黄菟菊梅野蛇银
猪鹿商淫密续

黄芩 353

黄芪 355
黄连 358
黄蜀葵花 360
菟丝子 362
菊花 364
梅花 367
野马追 370
蛇床子 372
银杏叶 374
猪苓 380
鹿衔草 382
商陆 384
淫羊藿 386
密蒙花 388
续断 390

十二画

斑款葛篇紫黑

斑蝥 392
款冬花 394
葛根 396
篇蓄 398
紫苏子 400
紫苏梗 402
紫珠叶 404
紫苑 406
黑种草子 408

十三画

蓍蓝蒲槐

蓍草 410
蓝布正 412
蒲公英 414
蒲黄 416
槐角 419

十四画

蔓蓼辣漏

蔓荆子 421
蓼大青叶 423
辣椒 425
漏芦 427

十五画
榲

榲寄生 429

十六画
橘

橘红 431

十七画
藁

藁本 433

十八画
蟾

蟾酥 435

中药材中文名称索引 437

中药材拉丁名索引 440

一枝黄花

Yizhihuanghua

SOLIDAGINIS HERBA

样品来源 本品为菊科植物一枝黄花 *Solidago decurrens* Lour. 的干燥全草。

一枝黄花药材高效液相色谱方法的建立

对照品 芦丁（中国药品生物制品检定研究院，批号 110752-200511，含量 98%）。

对照品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

供试品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

色谱柱 Inertsil ODS-3 (4.6mm×150mm, 5μm)

流动相 乙腈-甲醇-0.4%醋酸溶液 (16:6:78)

柱温 35℃

检测波长 360nm

流速 1.0mL/min

进样量 10μL

仪器配置:

LC-20ADXR 高压泵

SPD-M20A 二极管阵列紫外可见光检测器

DGU-20A₅ 脱气机

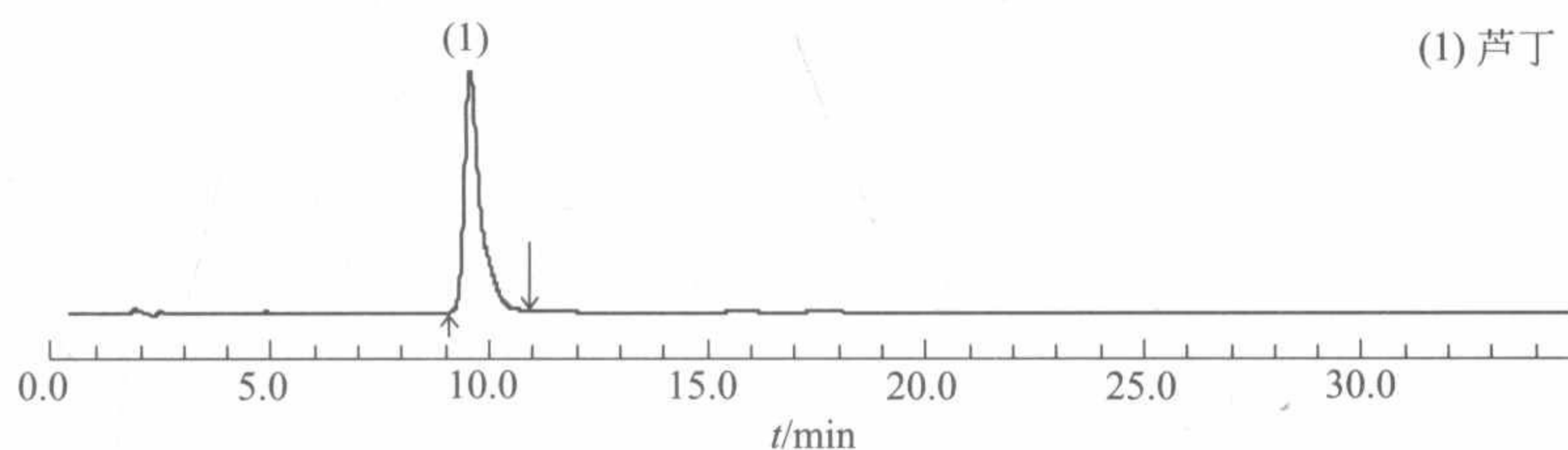
CTO-20AC 柱温箱

CBM-20A 系统控制器

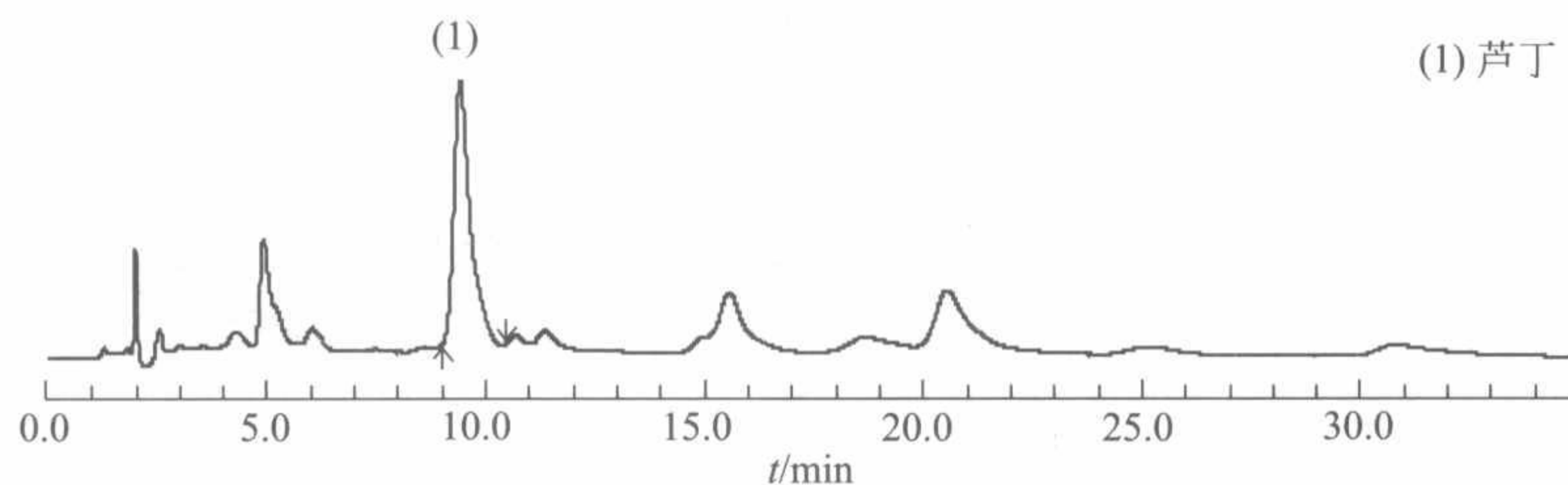
SIL-20AC 自动进样器

【色谱行为描述】 药典中一枝黄花的含量测定以芦丁为质量评价依据，其在 Inertsil ODS-3 中的色谱特点为：在流动相组成为乙腈-甲醇-0.4%醋酸溶液系统时，流动相的比例对芦丁及相邻色谱峰的分离具有显著的影响，流动相 0.4%醋酸溶液的比例在 78%左右时，流动相乙腈的比例在 16%，甲醇的比例在 6%左右时，其分离度最好，一枝黄花色谱图中杂质峰较少，柱温对芦丁的保留时间及与相邻色谱峰的分离度影响很小。经过考察，在流动相比比例为乙腈-甲醇-0.4%醋酸溶液为 (16:6:78)、柱温 35℃ 的色谱条件下，能得到较满意的分析效果。使用 Inertsil ODS-4 (4.6mm×150mm, 5μm) 柱亦可得到良好分析效果。

对照品

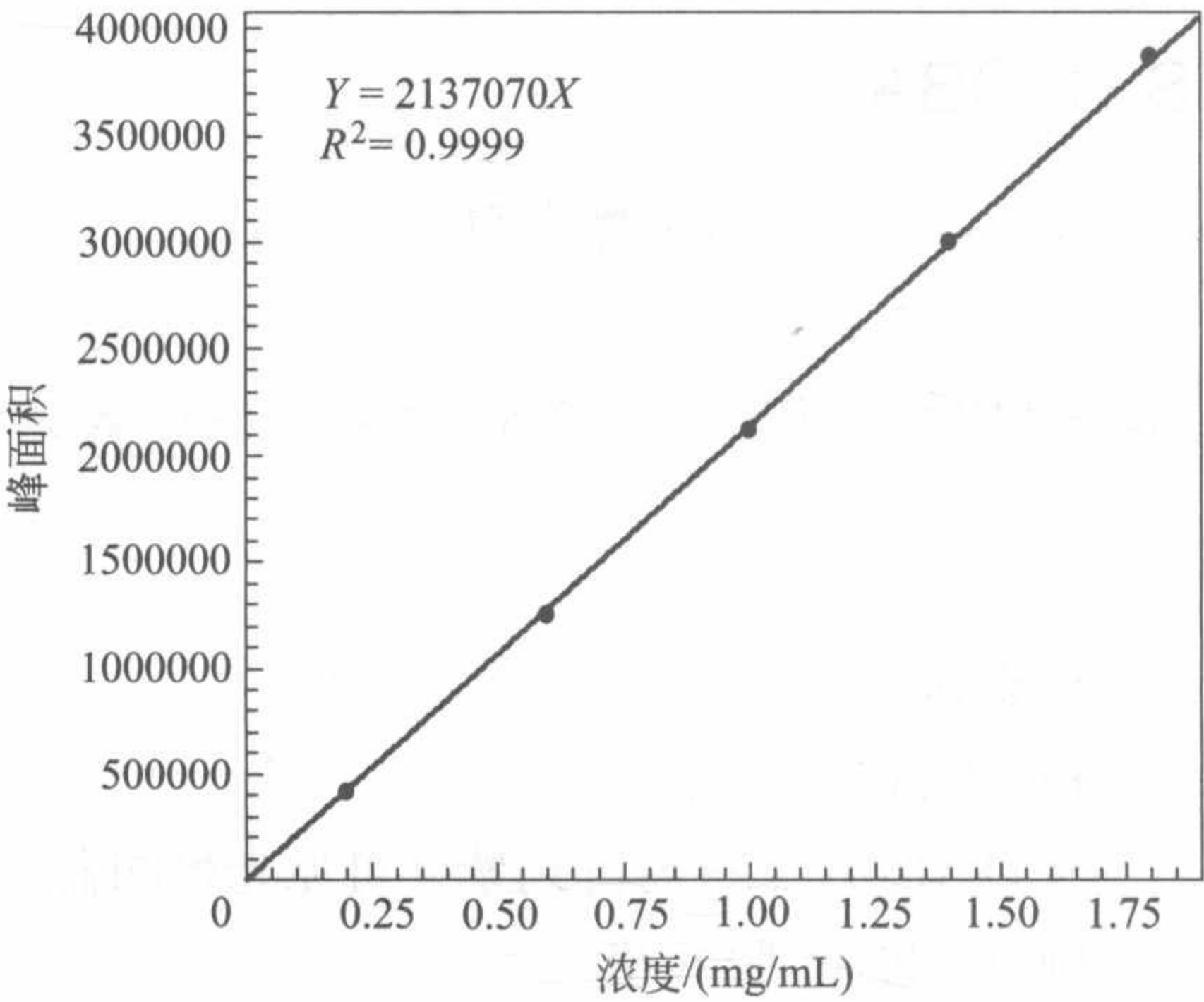


供试品



对照品

名称	<i>t</i> / min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
芦丁	9.207	735872	25753	3082	1.51



芦丁标准曲线

芦丁的重复性数据

序号	对照品		样品	
	<i>t</i> / min	峰面积	<i>t</i> / min	峰面积
1	9.622	3829147	9.520	790047
2	9.681	3847250	9.512	797371
3	9.628	3879350	9.479	782587
平均值	9.643	3851916	9.504	790002
<i>RSD</i> / %	0.34	0.66	0.23	0.94

丁 公 藤

Dinggongteng

ERYCIBES CAULIS

样品来源 本品为旋花科植物丁公藤 *Erycibe obtusifolia* Benth. 的干燥藤茎。

丁公藤药材高效液相色谱方法的建立

对照品 东莨菪内酯（中国药品生物制品检定研究院，批号 110768-200504，供含量测定用）。

对照品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

供试品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

色谱柱 Inertsil ODS-3 (4.6mm×150mm,
5μm)

流动相 甲醇-水-冰醋酸 (27 : 73 : 0.16)

柱 温 40℃

检测波长 298nm

流 速 1.0mL/min

进样量 10μL

推荐使用条件范围：

色谱柱 Inertsil ODS-3 (4.6mm×150mm,
5μm)

流动相 甲醇-水-冰醋酸 [(23~35) : (77~
65) : (0.1~0.5)]

柱 温 35~45℃

检测波长 298nm

流 速 1.0mL/min

仪器配置：

LC-20ADXR 高压泵

SPD-M20A 二极管阵列紫外可见光检测器

CTO-20AC 柱温箱

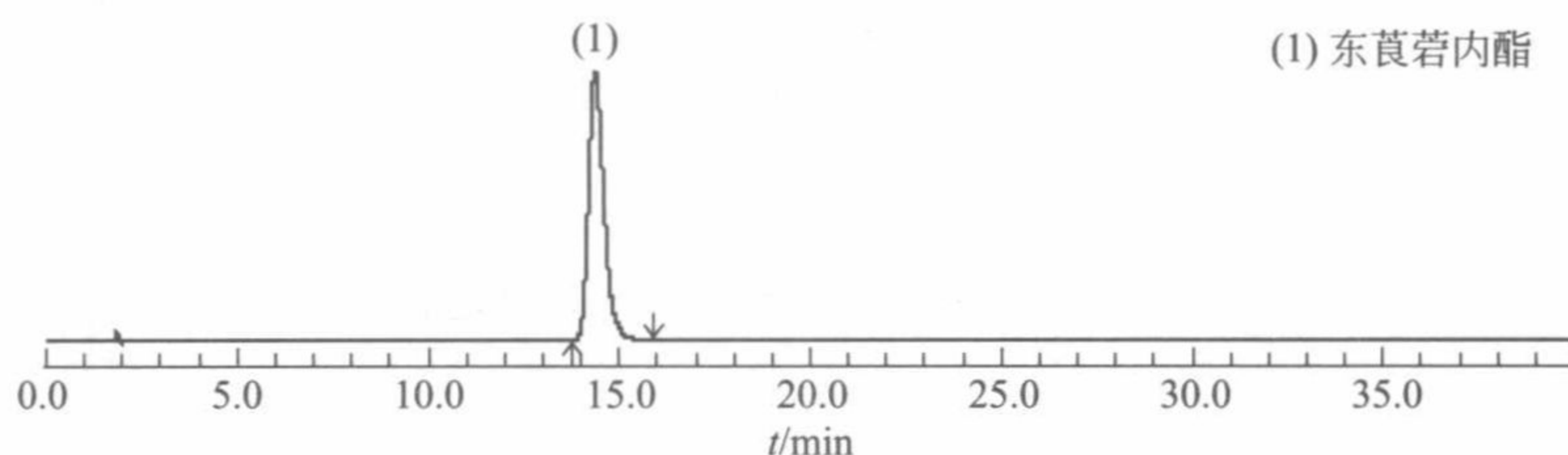
DGU-20A₃ 脱气机

CBM-20A 系统控制器

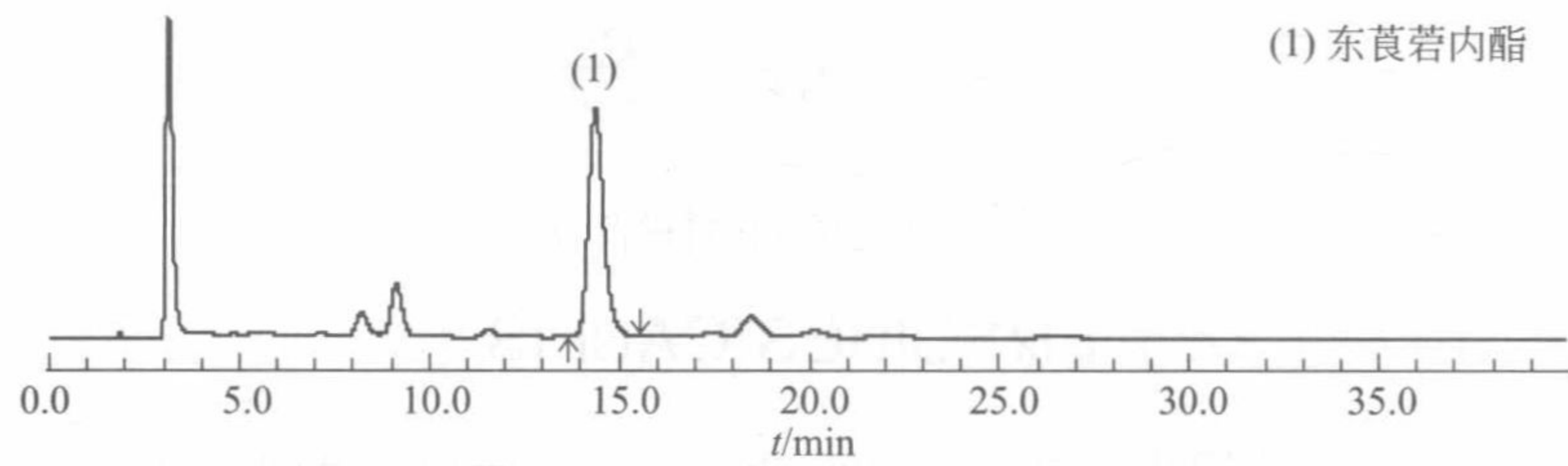
SIL-20AC 自动进样器

【色谱行为描述】 药典中丁公藤的含量测定以东莨菪内酯为质量评价依据，其在 Inertsil ODS-3 中的色谱特点为：在流动相组成为甲醇-水-冰醋酸系统时，流动相的比例对东莨菪内酯及相邻色谱峰的分离具有显著的影响，流动相甲醇的比例在 27% 左右时，其分离度最好，丁公藤色谱图中杂质峰较少且与东莨菪内酯相比含量很低，因此选择甲醇比例在 23%~35%（体积比）之间均可以获得较好的分离度及分析效果；柱温对东莨菪内酯的保留时间及与相邻色谱峰的分离度影响很小。经过考察，在流动相比比例为甲醇-水-冰醋酸（32 : 68 : 0.16），柱温 40℃ 的色谱条件下，使用 Inertsil ODS-4 (4.6mm×150mm, 5μm) 柱亦可得到良好分析效果。

对照品

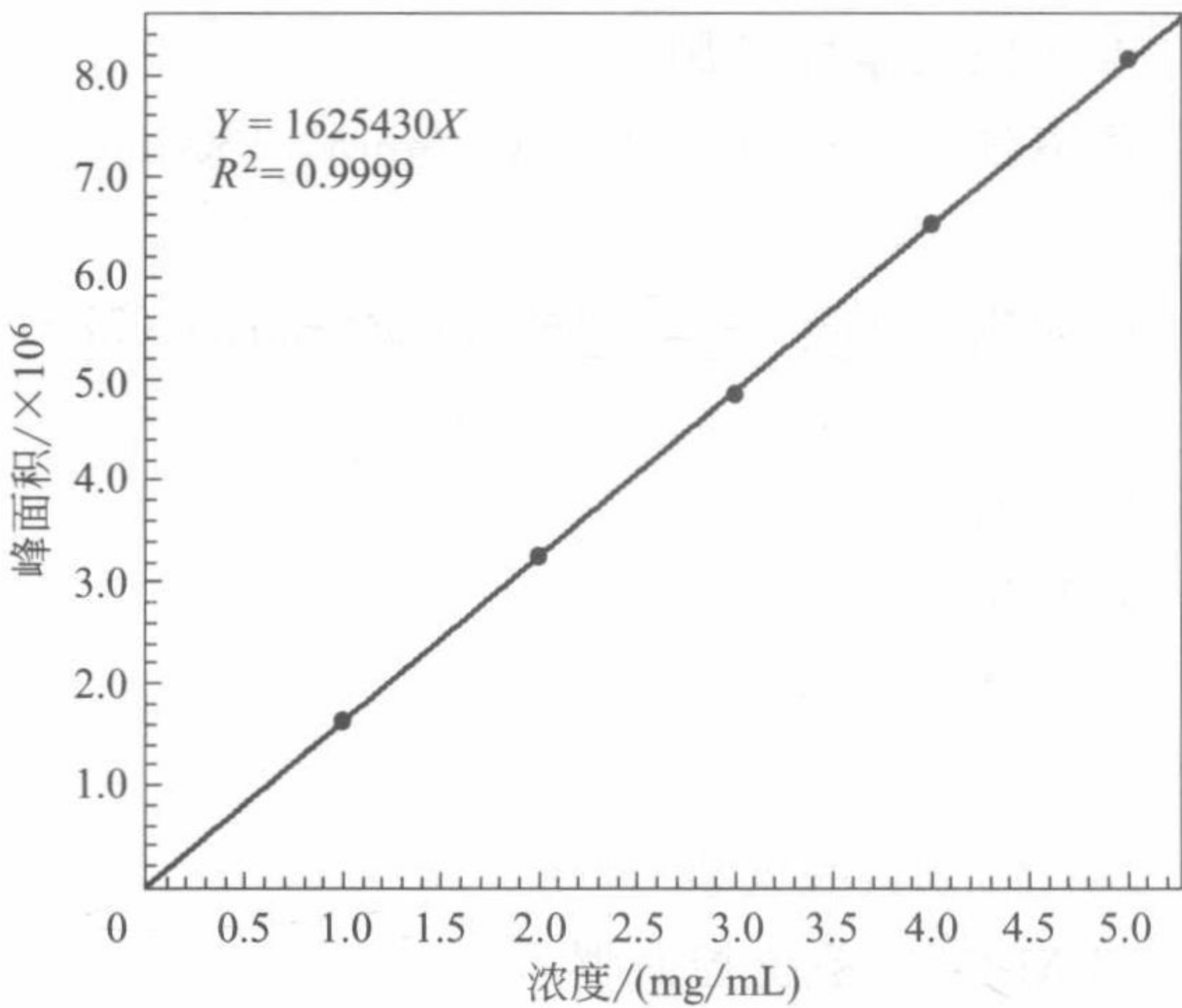


供试品



对照品

名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
东莨菪内酯	14.382	4842186	173788	6461	1.28



东莨菪内酯标准曲线

东莨菪内酯的重复性数据

序号	对照品		样品	
	t/min	峰面积	t/min	峰面积
1	14.382	4842186	14.368	9219287
2	14.372	4839044	14.362	9275230
3	14.378	4844969	14.368	9233796
平均值	14.377	4842066	14.366	9242771
RSD/%	0.03	0.06	0.03	0.32

人 参

Renshen

GINSENG RADIX ET RHIZOMA

样品来源 本品为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥根及根茎。

人参药材高效液相色谱方法的建立

对照品 人参皂苷 R_{g1} (中国药品生物制品检定研究院, 批号 110703200424)、人参皂苷 R_{b1} (中国药品生物制品检定研究院, 批号 110704200318) 和人参皂苷 Re (中国药品生物制品检定研究院, 批号 110754200218)。

对照品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

供试品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

色谱柱 Inertsil ODS-4 (4.6mm×150mm, 5μm)

流动相 乙腈-水系统

柱 温 35℃

检测波长 203nm

流 速 1.0mL/min

进样量 10μL

仪器配置:

LC-20ADXR 高压泵

SPD-M20A 二极管阵列紫外可见光检测器

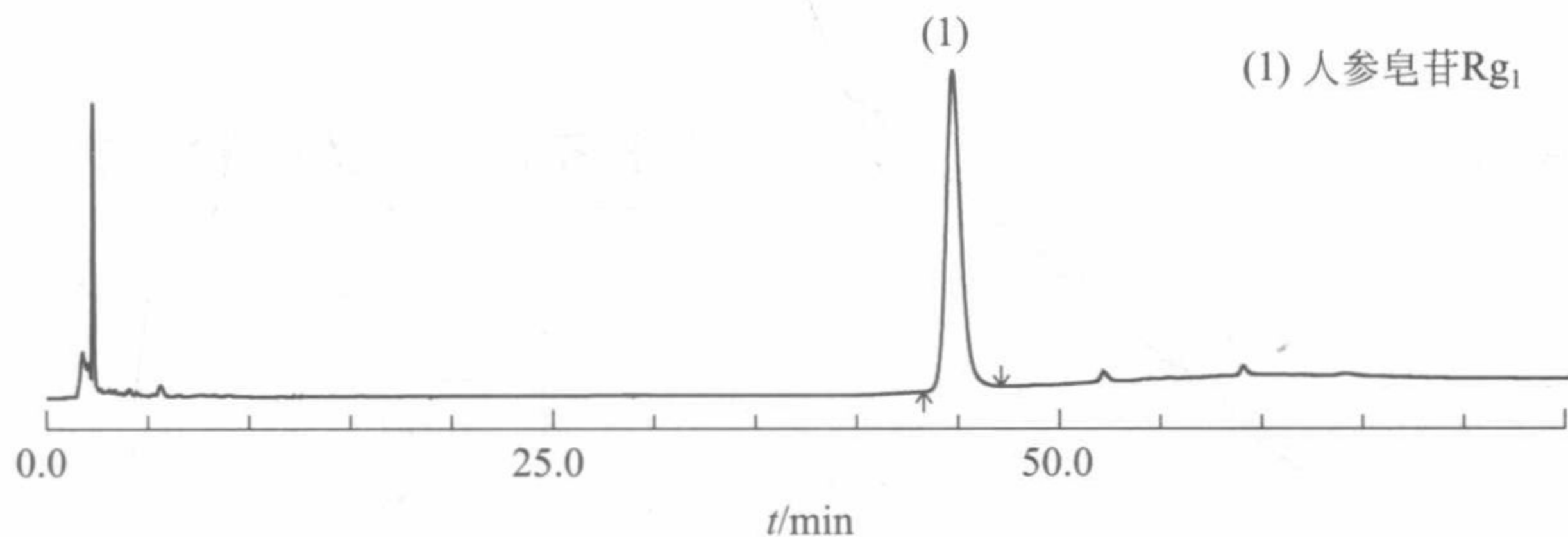
CTO-20AC 柱温箱

CBM-20A 系统控制器

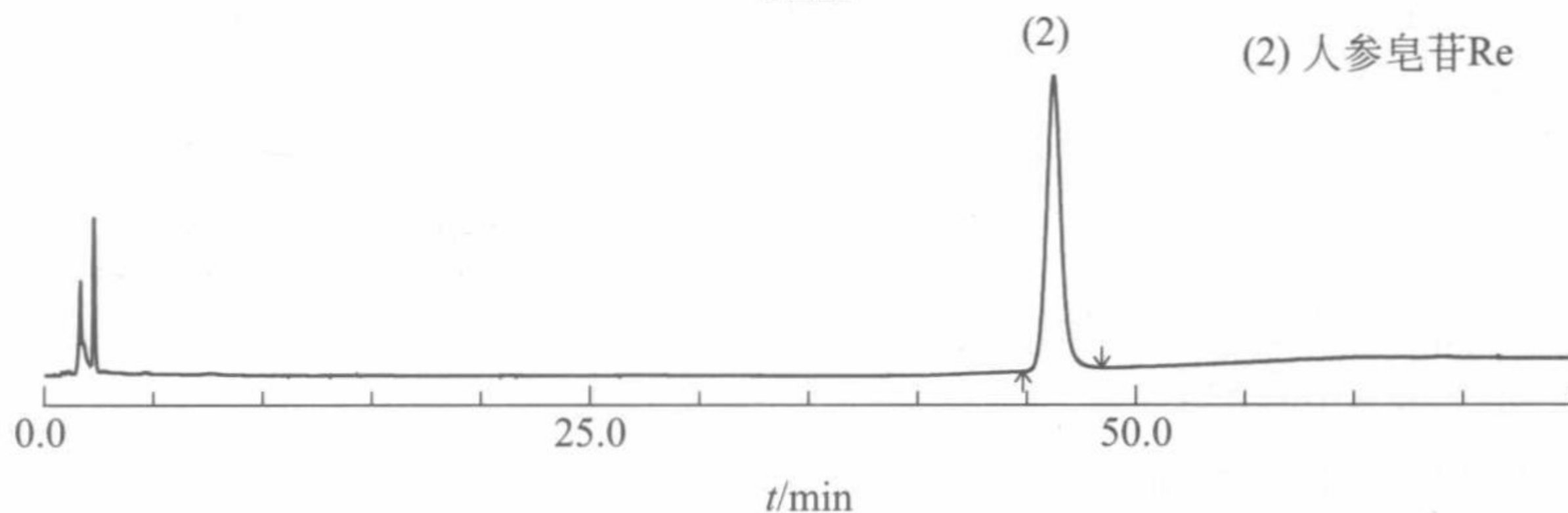
SIL-20AC 自动进样器

【色谱行为描述】 药典中人参的含量测定以人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 R_{b1}、人参皂苷 Re 为质量评价依据, 人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 R_{b1} 和人参皂苷 Re 在 Inertsil ODS-4 中的色谱特点为: 检测波长在 203nm 时人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 R_{b1} 和人参皂苷 Re 吸收均较强, 色谱图较好; 在流动相组成为乙腈-水溶液系统, 梯度洗脱时, 流动相的比例对人参皂苷 R_{g1} 和人参皂苷 Re 的分离, 以及人参皂苷 R_{b1} 与相邻色谱峰的分离具有显著的影响, 考虑到分离效果, 采用上述色谱柱, 用药典的色谱条件进行分析; 柱温对人参皂苷 Re 峰的峰形影响较大, 经比较分析样品在 35℃ 时有较好的分析效果, 考虑到样品的稳定性及分析时间, 本方法采用 35℃ 条件对红参样品进行分析测定。

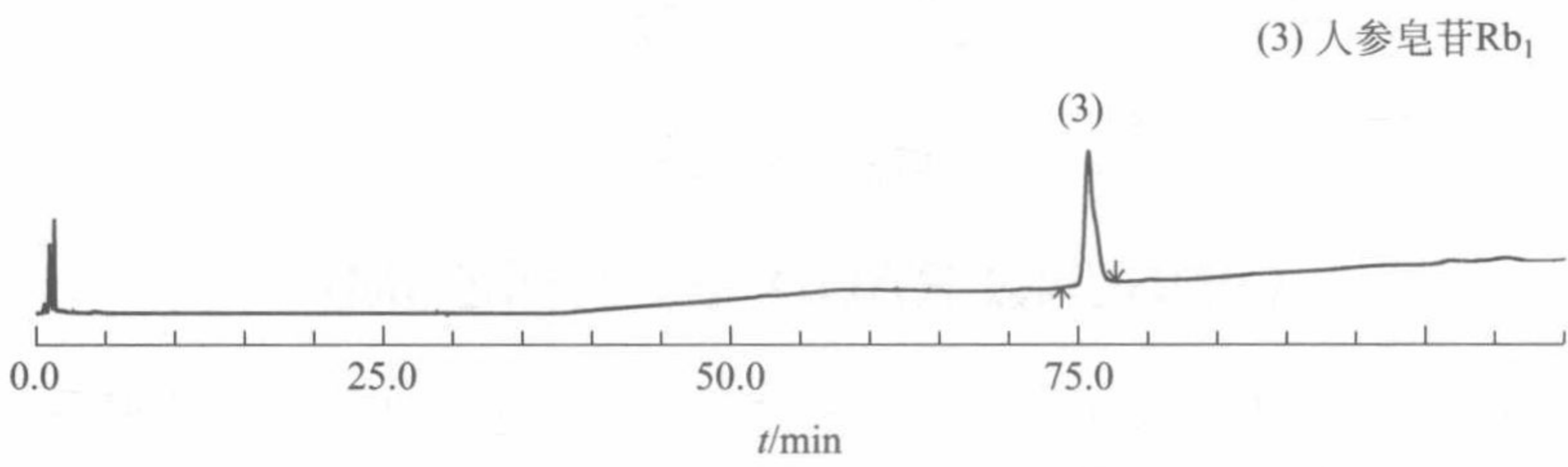
对照品



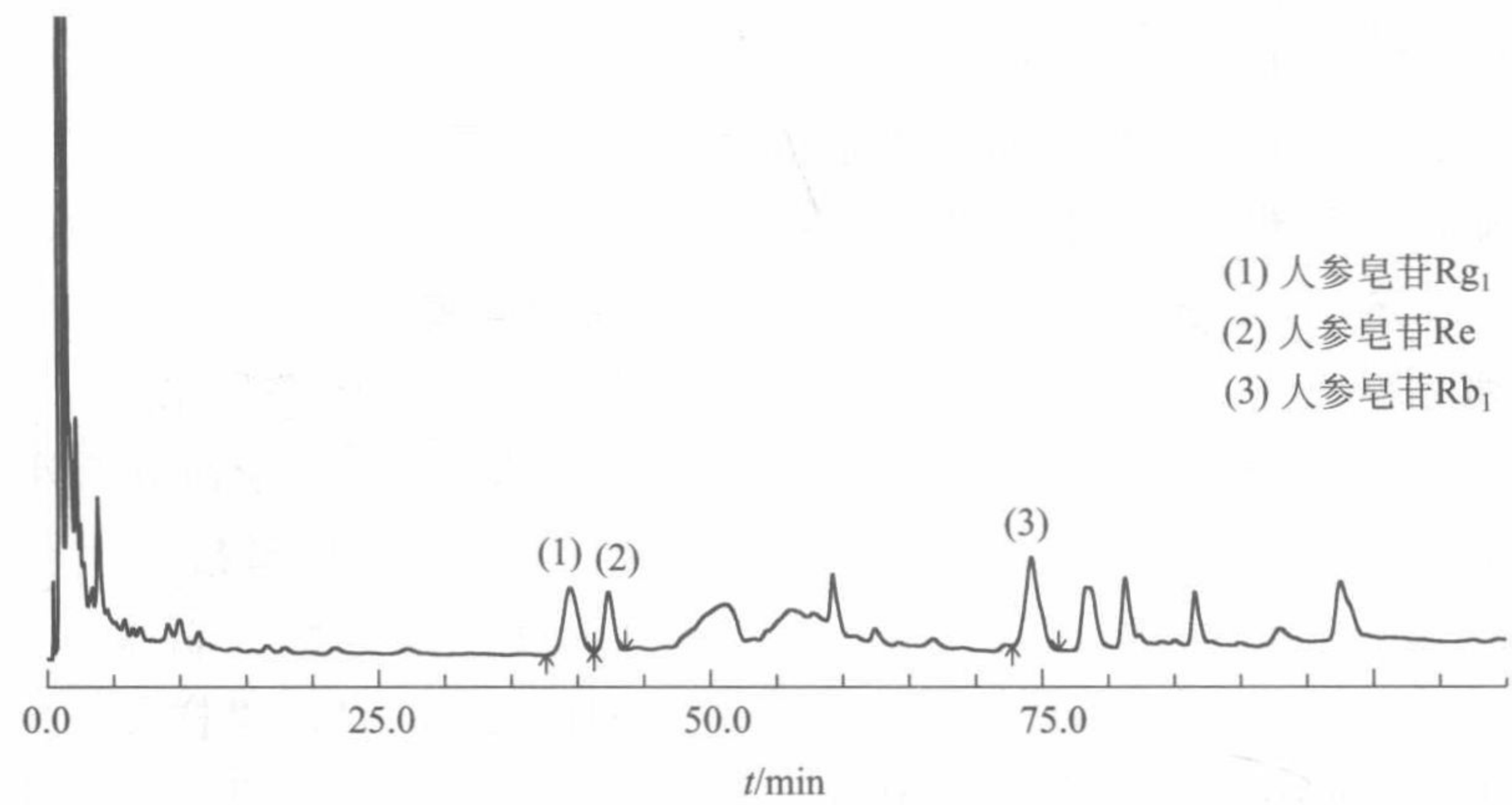
对照品



对照品

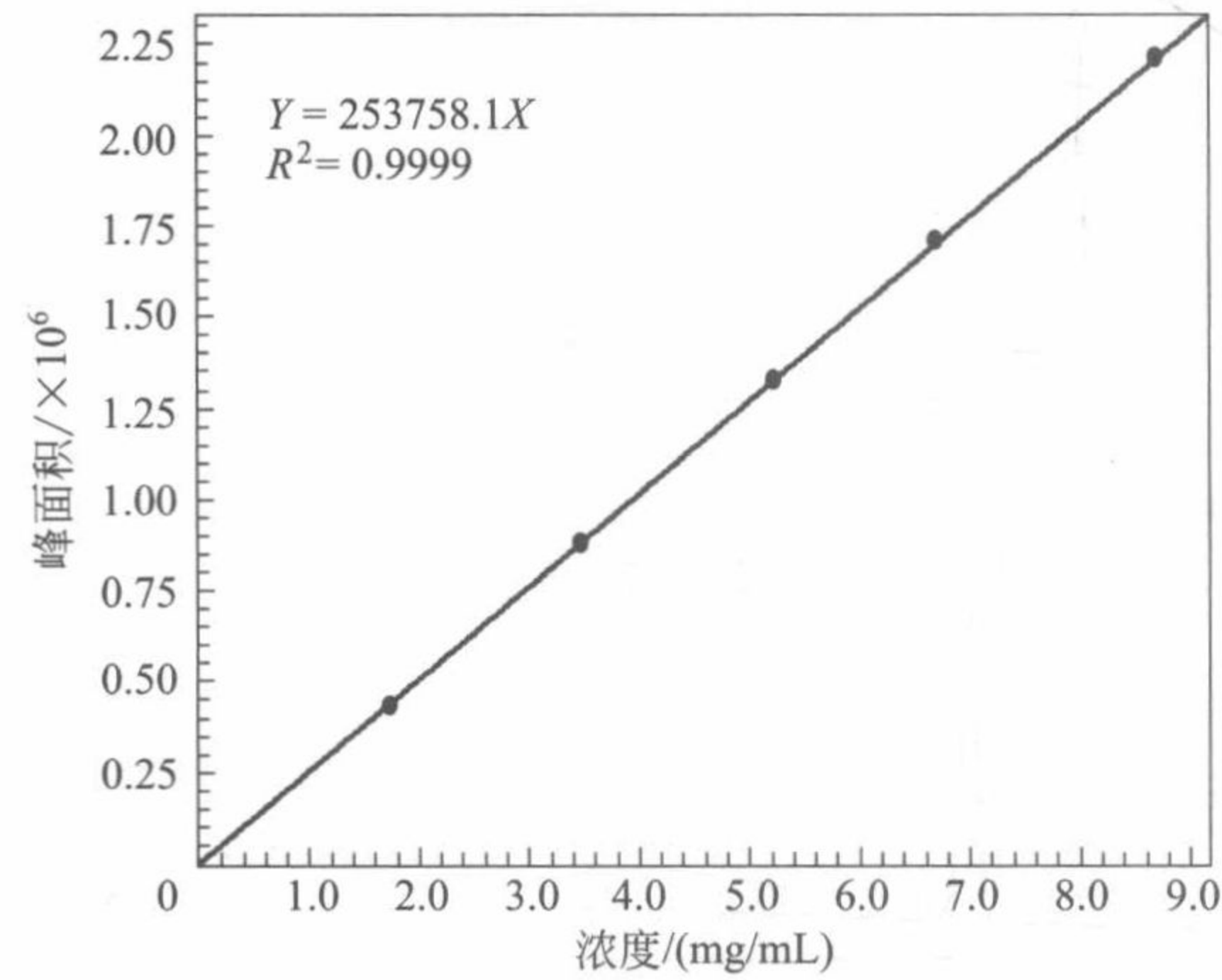


供试品



对照品

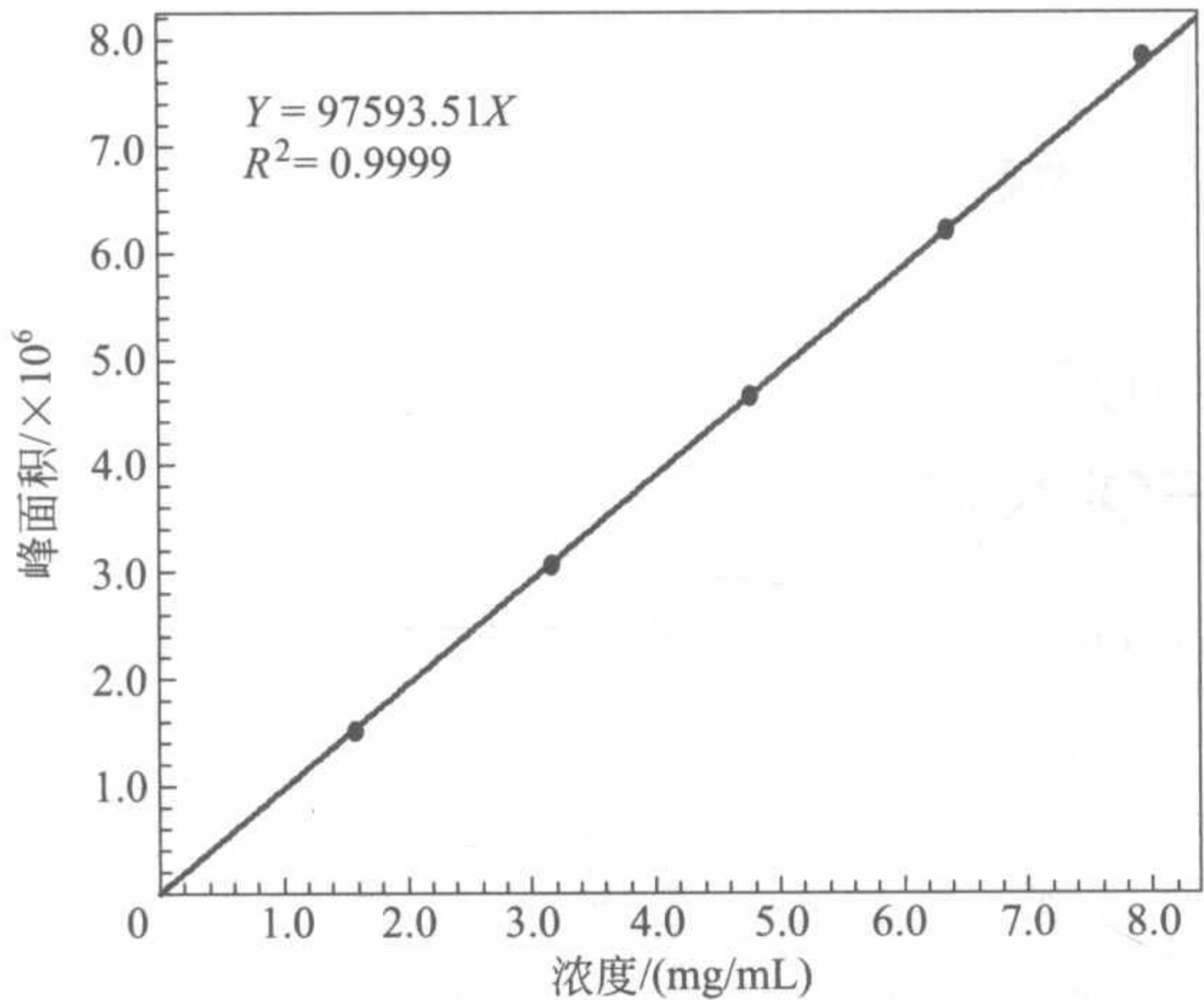
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
人参皂苷 Rg ₁	44.731	2205242	42868	18473	1.24
人参皂苷 Re	46.251	1997528	42325	23702	1.08
人参皂苷 Rb ₁	75.749	789519	15934	72193	1.47



人参皂苷 Rg₁ 标准曲线

人参皂苷 Rg₁ 的重复性数据

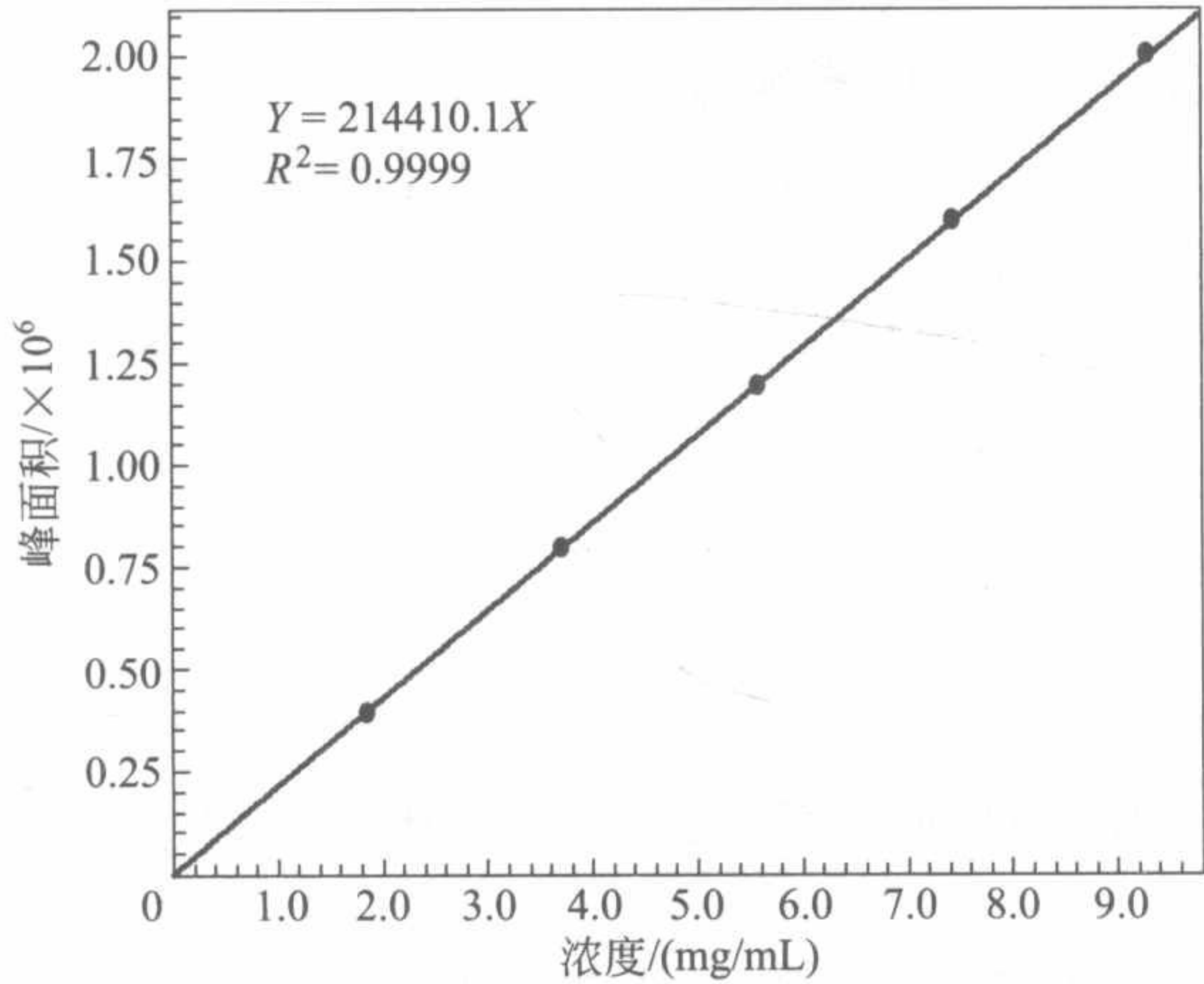
序号	对照品		样品	
	t/min	峰面积	t/min	峰面积
1	44.731	2205242	39.329	4390981
2	44.723	2204875	39.438	4402990
3	44.307	2213393	39.322	4343776
平均值	44.587	2207837	39.363	4379249
RSD/%	0.54	0.22	0.17	0.71



人参皂苷 Rb₁ 标准曲线

人参皂苷 Rb₁ 的重复性数据

序号	对照品		样品	
	<i>t</i> /min	峰面积	<i>t</i> /min	峰面积
1	76.441	776662	74.265	5841265
2	75.749	789519	74.223	5838544
3	75.523	777115	74.269	5853363
平均值	75.904	781099	74.252	5844391
<i>RSD</i> /%	0.64	0.94	0.03	0.13



人参皂苷 Re 标准曲线

人参皂苷 Re 的重复性数据

序号	对照品		样品	
	<i>t</i> /min	峰面积	<i>t</i> /min	峰面积
1	46.251	1997528	42.276	278028
2	46.508	1999220	42.314	279051
3	46.511	1999944	42.242	278006
平均值	46.423	1998897	42.277	278362
<i>RSD</i> /%	0.33	0.07	0.09	0.21

人 参 叶

Renshenye

GINSENG FOLIUM

样品来源 本品为五加科植物人参如 *Panax ginseng* C. A. Mey. 的干燥叶，秋季采收，晾干或烘干。

人参叶药材高效液相色谱方法的建立

对照品 人参皂苷 Re（北京四面体生物科技有限公司，批号 52286-59-6，含量 $\geq 98\%$ ），人参皂苷 Rg₁（北京四面体生物科技有限公司，批号 22427-39-0，含量 $\geq 98\%$ ）。

对照品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

供试品溶液的制备 参照药典收载的方法制备。

色谱柱 Inertsil C18 ODS-4（4.6mm × 250mm，5 μ m）

仪器配置：

LC-2030 一体机配备紫外检测器

流动相 乙腈-0.05%磷酸溶液（20：80）磷酸浓度 0.01%~0.1%

柱 温 25~40℃

检测波长 203nm

流 速 1.0mL/min

进样量 10 μ L

注：Inertsil C18 ODS-3 色谱柱、Shim-pack VP-ODS 色谱柱和 Wodersil C18 色谱柱在上述色谱条件下也能达到较好的分离效果。

【色谱行为描述】 药典中人参叶的含量测定以人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 为质量评价依据，人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 在 Inertsil C18 ODS-4（4.6mm × 250mm，5 μ m）中的色谱行为是：流动相为乙腈-水系统时，流动相的比例对人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 及其相邻色谱峰的分离具有极其显著的影响，如流动相乙腈的比例在 23% 时，人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷分离度不好；流动相乙腈的比例在 17% 时，人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 在 100min 时未出峰，因此提示流动相配制时需要精确称量；磷酸浓度对人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 及其相邻色谱峰的分离影响很小，选择磷酸浓度在 0.01%~0.1% 之间均可获得较好的分析效果；经考察，流动相乙腈的比例在 20%，0.05% 磷酸溶液的比例在 80% 时，其分离度最好，人参皂苷 Re 峰的理论板数为 13000（大于 1500），远高于药典规定值；柱温对人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 的保留时间及其相邻色谱峰的分离度有微小影响，柱温在 25~40℃ 之间均可获得较好的分析效果。经考察，在流动相配比范围为乙腈：0.05% 磷酸=20：80、磷酸浓度 0.01%~0.1%、柱温范围 25~40℃ 的色谱条件下能得到较满意的分析效果。经研究，Inertsil C18 ODS-3 色谱柱、Shim-pack VP-ODS 色谱柱和 Wodersil C18 色谱柱在上述色谱条件下也能达到较好的分离效果。