

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2022.01.021

参芪益气口服液质量标准研究*

李萍, 曾金, 欧人豪, 韦祖巧, 肖萍[△]

(广西壮族自治区柳州市妇幼保健院·柳州市生殖与遗传研究所·广西科技大学附属妇产医院 儿童医院, 广西 柳州 545001)
摘要:目的 建立参芪益气口服液的质量标准。方法 采用薄层色谱(TLC)法对黄芪、党参、当归、山银花进行定性鉴别;采用高效液相色谱(HPLC)波长切换法测定方中主要药效成分毛蕊异黄酮葡萄糖苷、阿魏酸、绿原酸的含量,色谱柱为 Agilent HC-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液(1:999, V/V),梯度洗脱(0~10 min 时 10%A, 10~60 min 时 10%A~18%A),流速为 1.0 mL/min,检测波长为绿原酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷 260 nm(0~25 min, 45~60 min),阿魏酸 315 nm(25~45 min),柱温为 30℃,进样量为 20 μL,检测时间为 60 min。结果 TLC 斑点显色清晰,分离度好,阴性对照无干扰。绿原酸、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷的进样量分别在 70.40~704.00 μg, 1.36~13.60 μg, 1.28~12.80 μg 范围内与峰面积线性关系良好;平均加样回收率分别为 99.44%, 101.04%, 97.97%, RSD 分别为 2.54%, 1.57%, 2.09%(n=6);精密度、重复性、稳定性试验结果的 RSD 均小于 2%(n=6)。结论 该方法操作简便,结果准确,稳定性和重复性均较好,可用于控制参芪益气口服液的质量。

关键词:参芪益气口服液;薄层色谱法;高效液相色谱法;毛蕊异黄酮葡萄糖苷;阿魏酸;绿原酸;质量标准

中图分类号:R932;R284.1;R286.0

文献标志码:A

文章编号:1006-4931(2022)01-0080-05

Quality Standard of Shenqi Yiqi Oral Liquid

LI Ping, ZENG Jin, OU Renhao, WEI Zuqiao, XIAO Ping

(Liuzhou Maternity and Child Healthcare Hospital · Liuzhou Institute of Reproduction and Genetics · Affiliated Maternity Hospital and Affiliated Children's Hospital of Guangxi University of Science and Technology, Liuzhou, Guangxi, China 545001)

Abstract: Objective To establish the quality standard of Shenqi Yiqi Oral Liquid. **Methods** Astragali Radix, Codonopsis Radix, Angelicae Sinensis Radix and Lonicerae Flos were qualitatively identified by the thin-layer chromatography (TLC) method. The contents of calycosin-7-glucoside, ferulic acid and chlorogenic acid were determined by the high-performance liquid

*基金项目:广西壮族自治区中医药局自筹经费科研课题[GZZC2019188]。

第一作者:李萍,女,壮族,硕士,主管药师,研究方向为医院制剂,(电子信箱)125596908@qq.com。

[△]通信作者:肖萍,女,在职研究生,主任药师,研究方向为医院制剂,(电子信箱)xiaoping1976@126.com。

参考文献

- [1] WS₃-B-1818-94, 中华人民共和国卫生部药品标准·中药成方制剂(第九册)[S].
- [2] 李毅,秦逸辉,金雨青,等.海喘息定治疗慢性喘息性支气管炎43例[J].现代中西医结合杂志,2010,19(7):873.
- [3] 魏志强,张晓飞.海珠喘息定片联合生物共振诊断治疗仪治疗支气管哮喘临床研究[J].国际中医中药杂志,2017,39(9):789-793.
- [4] 李冰.气相色谱法测定海珠喘息定片中的冰片[J].华西药学杂志,2014,29(3):316-317.
- [5] 邱涵,王红梅,黄婧,等.气相色谱法测定海珠喘息定片中冰片、盐酸氯喘及克敏嗪的含量[J].药物分析杂志,2008,28(4):550-552.
- [6] 陈惠玲,颜迁州,罗珍珠.HPLC测定海珠喘息定片中盐酸氯丙那林和盐酸去氯羟嗪的含量[J].中国现代应用药学,2008,25(6):529-531.
- [7] 杨梦璇,庄秀玲,孙雪雁,等.大叶胡颓子叶止咳作用的研究[J].时珍国医国药,2014,25(6):1343-1344.
- [8] 李广胜,鲁光华,陈宁,等.胡颓子叶不同提取物药理活性的比较研究[J].中国药理学通报,2014,30(8):1181-1182.
- [9] 陆俊,王珺,成策,等.胡颓子属植物化学成分与药理活性研究进展[J].中药材,2015,38(4):855-861.
- [10] 代黔,王园园,葛月宾,等.胡颓子叶对豚鼠离体气管平滑肌收缩功能的影响[J].中草药,2013,44(10):1305-1308.
- [11] 覃勤.胡颓子叶总黄酮的提取分离及平喘活性研究[D].武汉:中南民族大学,2016.
- [12] 李聪,葛月宾,胡婧,等.HPLC法测定胡颓子叶中山柰素的含量[J].中国药房,2012,23(19):1772-1774.
- [13] 黄丽杰,崔永霞,刘伟,等.HPLC法同时测定胡颓子叶中槲皮素和山柰酚[J].中成药,2015,37(6):1302-1305.
- [14] 张伟欣,刘伟,林帅军,等.胡颓子叶药材 HPLC 指纹图谱[J].中国实验方剂学杂志,2017,23(4):98-101.
- [15] 覃勤,钟大妹,吕倩,等.胡颓子叶中总黄酮及三种指标成分的含量测定方法研究[J].时珍国医国药,2016,27(3):535-538.
- [16] 黄丽杰.胡颓子叶综合质量评价研究[D].郑州:河南中医学院,2015.
- [17] 周美,王道平,杨莹,等.胡颓子叶中槲皮素和山柰酚薄层鉴别及其总黄酮免疫活性研究[J].信阳师范学院学报(自然科学版),2020,33(3):410-415.
- [18] 黄丽杰,刘伟,崔永霞.胡颓子叶化学成分的研究[J].中成药,2015,37(4):796-800.
- [19] 贺金华,蔡晓翠,何江,等.HPLC法同时测定对叶大戟草中山柰酚和槲皮素的含量[J].中国药房,2013,24(35):3312-3314.

(收稿日期:2021-03-01;修回日期:2021-07-05)

chromatography (HPLC) wavelength switching method. The chromatographic column was Agilent HC-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (1:999, V/V) with gradient elution (10%A at 0-10 min, 10%A-18%A at 10-60 min), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 260 nm (0-25 min, 45-60 min) for chlorogenic acid and calycosin-7-glucoside, 315 nm (25-45 min) for ferulic acid, the column temperature was 30 °C, the injection volume was 20 μL, and the detection time was 60 min. **Results** TLC spots showed clear color and good resolution, and the negative samples had no interference. The linear ranges of chlorogenic acid, ferulic acid and calycosin-7-glucoside were 70.40-704.00 μg, 1.36-13.60 μg and 1.28-12.80 μg, respectively. The average recoveries of chlorogenic acid, ferulic acid and calycosin-7-glucoside were 99.44%, 101.04%, 97.97% with RSDs of 2.54%, 1.57%, 2.09% (n=6), respectively. The RSDs of precision, repeatability and stability tests were less than 2% (n=6). **Conclusion** The method is simple, accurate, stable and reproducible, which can be used for the quality control of Shenqi Yiqi Oral Liquid.

Key words: Shenqi Yiqi Oral Liquid; TLC; HPLC; calycosin-7-glucoside; ferulic acid; chlorogenic acid; quality standard

参芪益气口服液由黄芪、党参、当归、山银花、山药、黄精等11味药材组方,系广西壮族自治区柳州市妇幼保健院在研制剂,主要用于妇女产后益气、消炎,提高产妇免疫力,预防产后病,治疗妇女产后气血两虚^[1-3]。方中黄芪补中益气、升阳固表,党参健脾益气、养血补气,为君药;当归养血和营,助黄芪、党参益气生血之功,为臣药;山药、黄精平补肺脾肾三经,益气养阴,气阴双补,同为臣药;山银花清热解毒、宣表透邪、芳香避秽,为佐药;甘草益气和中,调和诸药,为使药。本研究中建立了测定黄芪、当归、山银花中主要有效成分毛蕊异黄酮葡萄糖苷、阿魏酸、绿原酸含量的高效液相色谱(HPLC)法,以及对黄芪、党参、山银花、当归进行定性鉴别的薄层色谱(TLC)法。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

岛津LC-20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司);FA1004型电子分析天平(上海天平仪器厂,精度为0.0001 g);ZF-1型三用紫外分析仪(上海精科实业有限公司);KQ-300DB型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司,功率为300 W,频率为40 kHz);TDZ4-WS型台式低速离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司);DHG-9023AD型电热恒温鼓风干燥箱(上海东麓仪器设备有限公司);5~50 μL移液器(BIO-DL公司,编号为NZ53228)。

1.2 试药

毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品(批号为111920-201606,纯度为97.6%),绿原酸对照品(批号为110753-201716,纯度为99.3%),阿魏酸对照品(批号为110773-201614,纯度为99.0%),党参对照药材(批号为121057-201206),黄芪对照药材(批号为121462-201705),当归对照药材(批号为120927-201617),山银花对照药材(批号为121595-201202),均购自中国食品药品检定研究院;参芪益气口服液由广西壮族自治区柳州市妇幼保健院药剂科制剂室提供;甲醇(色谱纯,天津市四友精细化学品有限公司,批号为633379);乙腈(色谱

纯,天津市科密欧化学试剂有限公司,批号为20200221);氨水(批号为160115);磷酸(分析纯,批号为181210),均购于西陇科学股份有限公司;乙酸乙酯(分析纯,广东省化学试剂工程技术研究开发中心,批号为20180226);甲醇(分析纯,广东光华科技股份有限公司,批号为20190417);其他试剂均为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

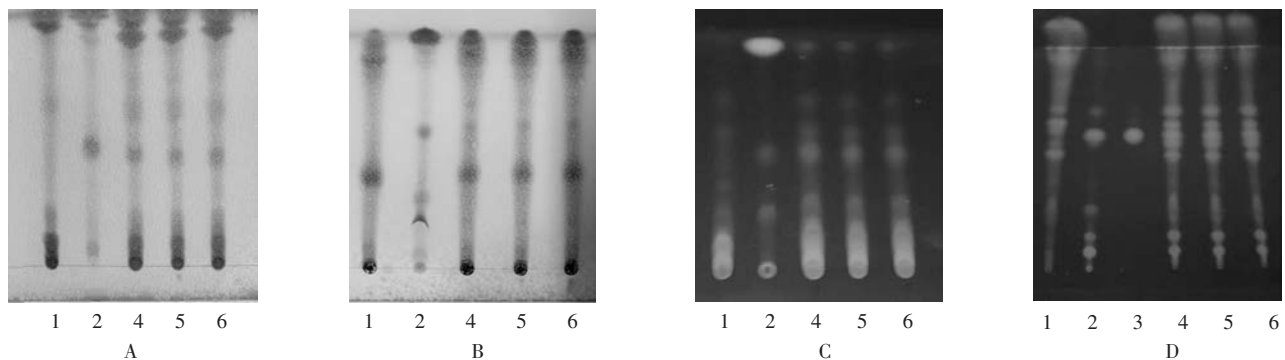
2.1 样品制备

按处方量称取中药材适量,加7倍量纯化水,浸泡30~60 min,加热煎煮,提取2次,第1次1.5 h,第2次1.0 h,合并提取液,过滤,滤液浓缩至100 mL,即得参芪益气口服液提取液。共制备3批样品(批号分别为20051301,20051302,20051303),保存于阴凉处,备用。

2.2 TLC鉴别

黄芪:取本品20 mL,转移至分液漏斗中,用水饱和正丁醇液提取3次,每次20 mL,合并正丁醇液,用1% NaOH溶液洗涤3次,每次20 mL,弃去NaOH溶液,正丁醇液用水饱和正丁醇水洗至中性,弃去水液,正丁醇液水浴蒸干,残渣用2 mL甲醇溶解,作为供试品溶液。另取缺黄芪的阴性样品,同法制成阴性对照品溶液。另取黄芪对照药材5 g,加水饱和正丁醇液50 mL,加热回流60 min,过滤,滤液按供试品溶液制备方法从“用1% NaOH溶液洗涤3次”开始制备,作为对照药材溶液。照2020年版《中国药典(一部)》附录VIB TLC法^[4]试验,吸取上述溶液各10 μL,分别点于同一硅胶G板,以二氯甲烷-甲醇-水(6.0:1.2:0.3, V/V/V)为展开剂,喷以10%硫酸乙醇溶液,105 °C加热3~5 min显色。结果对照品溶液与供试品溶液色谱在薄层板相应位置上显相同紫色斑点,且阴性对照无干扰(见图1A)。

党参:取样品20 mL,用水饱和正丁醇液50 mL萃取,取正丁醇液用氨试液洗涤3次,每次20 mL,弃去氨试液;用正丁醇饱和的水溶液洗涤至中性,正丁醇液水浴蒸干,残渣加甲醇2 mL使溶解,作为供试品溶液。另取缺党参的阴性对照品,同法制成阴性对照品溶液。取党参对照药材5.0 g,加水饱和正丁醇液50 mL,回流提



1. 阴性对照品溶液 2. 对照药材溶液 3. 对照品溶液 4-6. 供试品溶液
A. 黄芪(日光) B. 党参(日光) C. 当归(365 nm) D. 山银花(365 nm)

图1 薄层色谱图

1. Negative reference solution 2. Reference medicinal material solution 3. Reference solution 4-6. Test solution
A. Astragali Radix(sunlight) B. Codonopsis Radix(sunlight) C. Angelicae Sinensis Radix(365 nm) D. Lonicerae Flos(365 nm)

Fig. 1 TLC chromatograms

取1 h,滤过,氨试液洗涤3次,每次20 mL,弃去氨试液;用正丁醇饱和的水溶液洗涤至中性,正丁醇液水浴蒸干,残渣加甲醇2 mL使溶解,作为对照药材溶液。照2020年版《中国药典(一部)》附录VIB TLC法试验^[4],吸取上述溶液各15 μ L,分别点于同一硅胶G板,以乙酸乙酯-乙醇-水(8.0:1.0:0.5, V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105 $^{\circ}$ C加热显色。对照品溶液与供试品溶液色谱在薄层板相应位置上显相同的紫红色斑点,且阴性对照无干扰(见图1 B)。

当归:取样品20 mL,用乙醚20 mL振摇提取,分取乙醚液,挥干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取缺当归的阴性样品,同法制成阴性对照品溶液。取当归对照药材0.5 g,加乙醚20 mL,超声处理10 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为对照药材溶液。照2020年版《中国药典(一部)》附录VIB TLC法试验^[4],吸取上述溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G板,以正己烷-乙酸乙酯(6:3, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外灯365 nm下检视。结果对照品溶液与供试品溶液色谱在薄层板相应位置上显相同的蓝色荧光斑点,且阴性对照无干扰(见图1 C)。

山银花:取样品5 mL,水浴蒸干,加甲醇4 mL使溶解,滤过,滤液浓缩至2 mL,作为供试品溶液。另取缺山银花的阴性样品,同法制成阴性对照品溶液。取山银花对照药材0.5 g,加甲醇20 mL,摇匀,放置12 h,滤过,滤液作为对照药材溶液。取绿原酸对照品10.8 mg,精密称定,加甲醇溶解并定容至10 mL容量瓶中,即得质量浓度为1.08 mg/mL的绿原酸对照品溶液。照2020年版《中国药典(一部)》附录VIB TLC法试验^[4],吸取上述溶液各3 μ L,分别点于同一聚酰胺薄膜,以微乳-甲酸(9:1, V/V)为展开剂,其中微乳液为十二烷基硫酸钠-正丁醇-正己烷-水(6.75:15.75:2.50:7.50,

V/V/V/V)体系,展开,取出,晾干,在365 nm紫外灯下检视。结果对照品溶液、对照药材溶液与供试品溶液色谱在薄层板相应位置上显相同的蓝色荧光斑点,且阴性对照无干扰(见图1 D)。

2.3 含量测定

2.3.1 色谱条件

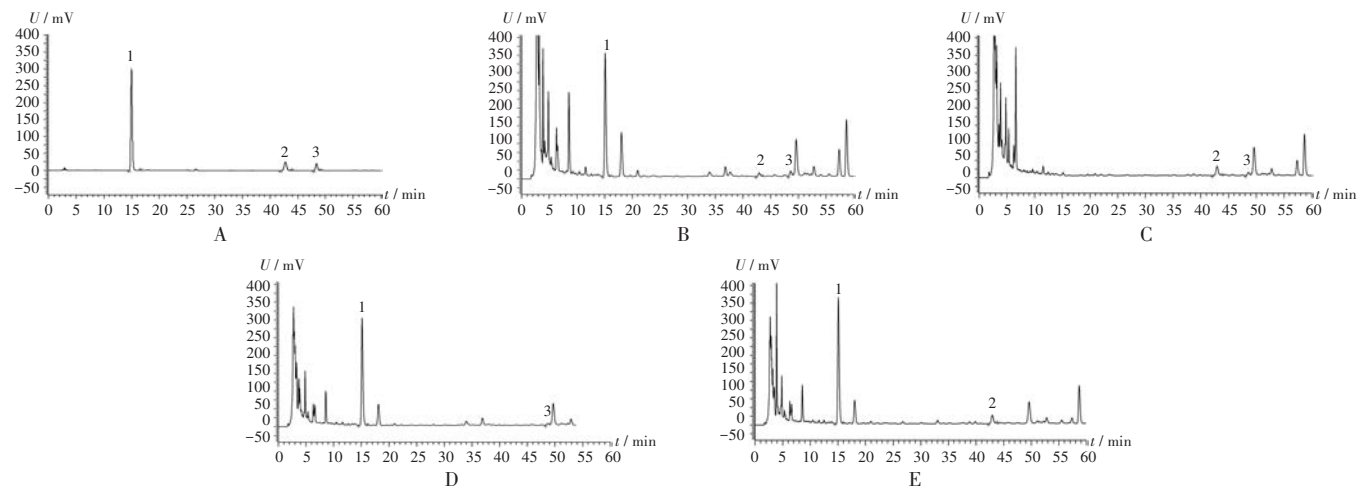
色谱柱:Agilent HC-C₁₈柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液(1:999, V/V),梯度洗脱(0~10 min时10%A, 10~60 min时10%A~18%A);流速:1.0 mL/min;检测波长:绿原酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷260 nm(0~25 min, 45~60 min),阿魏酸315 nm(25~45 min);柱温:30 $^{\circ}$ C;进样量:20 μ L;检测时间:60 min。

2.3.2 溶液制备

分别取绿原酸对照品50.2 mg,阿魏酸对照品11.6 mg,毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品22.4 mg,精密称定,置25.0 mL容量瓶中,用流动相溶解,定容,得质量浓度分别2.008, 0.464, 0.896 mg/mL的对照品贮备液。精密量取上述对照品贮备液8.765, 0.732, 0.357 mL,加流动相定容至25.0 mL容量瓶中,摇匀,即得质量浓度分别为绿原酸0.704 0 mg/mL,阿魏酸0.013 6 mg/mL,毛蕊异黄酮葡萄糖苷0.0128 mg/mL的混合对照品溶液。精密吸取样品1.0 mL,加流动相稀释并定容至10.0 mL容量瓶中,振摇,离心(转速为3 600 r/min)5 min,上清液用0.45 μ m微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。分别制备缺黄芪、当归、山银花的阴性样品,按供试品溶液方法制备阴性对照品溶液。

2.3.3 方法学考察

专属性试验:分别吸取混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照品溶液,按2.3.1项下色谱条件进样分析。对照品溶液和供试品溶液中绿原酸、阿魏酸、毛蕊



1. 绿原酸 2. 阿魏酸 3. 毛蕊异黄酮葡萄糖苷
A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C - E. 阴性对照品溶液

图2 高效液相色谱图

1. Chlorogenic acid 2. Ferulic acid 3. Calycosin - 7 - glucoside
A. Mixed reference solution B. Test solution C - E. Negative reference solution

Fig. 2 HPLC chromatograms

异黄酮葡萄糖苷的色谱峰分离良好,阴性对照品溶液中指标成分相应保留时间均无吸收峰,表明该方法专属性良好。色谱图见图2。

线性关系考察:分别精密吸取2.3.2项下混合对照品贮备液0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mL,用流动相定容至5.0 mL,得到系列质量浓度的混合对照品溶液,进样分析,记录峰面积。以峰面积(Y)为纵坐标、进样量(X, μg)为横坐标进行线性回归,得回归方程为 $Y_{\text{绿}} = 15.586X_{\text{绿}} + 15.526$ ($r = 0.9998$), $Y_{\text{阿}} = 115.379X_{\text{阿}} - 18.029$ ($r = 0.9998$), $Y_{\text{毛}} = 75.598X_{\text{毛}} + 4.974.9$ ($r = 0.9997$)。结果表明,绿原酸、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷的进样量分别在70.40~704.00 μg , 1.36~13.60 μg , 1.28~12.80 μg 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验:取同一批(批号为20051301)样品,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,按2.3.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果绿原酸、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰面积的RSD分别为0.86%, 0.75%, 1.07% ($n = 6$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取同一批(批号为20051301)样品,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,按2.3.1项下色谱条件下分别于0,2,4,6,10,24 h时进样测定,记录峰面积。结果绿原酸、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰面积的RSD分别为1.15%, 1.08%, 0.61% ($n = 6$),表明供试品溶液在24 h内稳定。

重复性试验:取同一批(批号为20051301)样品,按2.3.2项下方法平行制备供试品溶液6份,按2.3.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果绿原酸、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷含量的RSD分别

为1.47%, 1.30%, 1.69% ($n = 6$),表明方法重复性良好。

加样回收试验:取同一批(批号为20051301)样品0.5 mL,共6份,分别加入0.5 mL已知质量浓度(绿原酸为0.7040 mg/mL,阿魏酸为0.0136 mg/mL,毛蕊异黄酮葡萄糖苷为0.0128 mg/mL)的混合对照品贮备液,加流动相定容至10.0 mL,振摇,离心,上清液用0.45 μm 微孔滤膜滤过,按2.3.1项下色谱条件进样测定。结果见表1。

2.4 样品含量测定

取3批样品,按2.3.2项下方法制备供试品试液,分别按2.3.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。3批样品含量测定结果见表2。

3 讨论

3.1 TLC 鉴别

对参芪益气口服液黄芪、党参、当归、山银花分别进行了TLC鉴别,所建立的方法分离度好,无拖尾,专属性强,重复性好。黄芪的鉴别参考了2020年版《中国药典(一部)》所收录的方法和相关文献^[5-6],^{[7]315},最后确定了适合本制剂的黄芪TLC法,该法无需二次展开,且展开剂用量较少,节约了时间和成本。

采用药典收录的TLC法^{[7]293}不能鉴别党参,展开剂尝试了氯仿-甲醇-水(6.5:3.5:1.0, V/V/V)的下层液,斑点清晰,但堆积于前沿,无法鉴别,最后调整为氯仿-甲醇-水(8.0:1.0:0.5, V/V/V),所得图谱斑点比移值适中且分离度好。

山银花的鉴别采用微乳薄层色谱(METLC)法,展开剂为微乳-甲酸(9:1, V/V),样品处理方法同药典方法^{[7]32},所得图谱特征斑点清晰,分离度好。METLC法是

表1 参芪益气口服液中3个成分的加样回收试验结果($n=6$)
Tab.1 Results of recovery test of three components in Shenqi Yiqi Oral Liquid($n=6$)

样品含量(μg)			加入量(μg)			测得量(μg)			回收率(%)			$\bar{X}$ (%)			RSD(%)		
A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
2 254.00	33.73	21.19	2 180.00	25.06	25.09	4 442.00	59.28	46.10	100.37	101.96	99.28						
2 254.00	33.73	21.19	2 180.00	25.06	25.09	4 470.00	59.68	46.59	101.65	103.55	101.24						
2 254.00	33.73	21.19	2 180.00	25.06	25.09	4 363.00	58.64	45.23	96.74	99.40	95.82	99.44	101.04	97.97	2.54	1.57	2.09
2 254.00	33.73	21.19	2 180.00	25.06	25.09	4 347.00	58.65	45.34	96.01	99.44	96.25						
2 254.00	33.73	21.19	2 180.00	25.06	25.09	4 430.00	59.09	45.84	99.82	101.20	98.25						
2 254.00	33.73	21.19	2 180.00	25.06	25.09	4 479.00	58.96	45.53	102.06	100.68	97.01						

注:A为绿原酸,B为阿魏酸,C为毛蕊异黄酮葡萄糖苷。表2同。

Note:A is chlorogenic acid,B is ferulic acid,and C is calycosin-7-glucoside(for Tab.1 and Tab.2).

表2 参芪益气口服液中3个成分的含量测定结果($\mu\text{g/mL}$)
Tab.2 Results of content determination of three components in
Shenqi Yiqi Oral Liquid($\mu\text{g/mL}$)

成分	批号			$\bar{X}$
	20051301	20051302	20051303	
A	4 132.18	4 149.45	4 047.61	4 109.75
B	74.41	72.82	73.75	73.66
C	41.97	44.74	42.66	43.12

对传统TLC法的提高和改进,主要用于黄酮、皂苷、生物碱等成分的鉴别^[8],微乳液点样量更小,检测灵敏度高,斑点清晰、圆而集中、不拖尾,且不使用刺激性强、挥发性大的有机溶剂,减少了环境污染,降低了试验成本。当归的鉴别参考2020年版《中国药典(一部)》当归项下收载的TLC法^{[7]139}及文献^[9]。

3.2 含量测定方法

参考文献^[10-14],色谱柱考察了Diamonsil-C₁₈(2)柱、迪马Platisil-ODS柱及Agilent HC-C₁₈柱,结果发现Diamonsil-C₁₈(2)柱、迪马Platisil-ODS柱分离度差,基线高,不能达到有效分离;采用含碳量较高的Agilent HC-C₁₈柱对样品的分离度好,柱效高,峰形好。

流动相考察了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.1%磷酸溶液、乙腈-0.1%磷酸溶液、乙腈-0.2%磷酸溶液、乙腈-0.2%甲酸溶液,最终确定最佳流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液。组方含11味药材,成分较复杂,样品的处理方法对结果影响较大,分别采用甲醇、50%甲醇、1%盐酸-甲醇流动相稀释,采用乙酸乙酯、丙酮等液液萃取法及固相萃取法。结果表明,使用流动相乙腈-0.1%磷酸溶液(1:9,V/V)稀释操作简单,得到的目标成分含量高且杂质少。

3.3 方法评价

由于样品中绿原酸的含量较阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷高很多,故本研究中采用波长切换法。阿魏酸和毛蕊异黄酮葡萄糖苷选择最大吸收波长260 nm和

316 nm,绿原酸则设定为吸收值不高的260 nm,方便获取适宜的色谱图并减少波长切换次数。此外,使用波长切换法测定本制剂含量可有效节约时间和成本。

参考文献

- [1] 邓晓光,李淑芬.补中益气汤在产后的临床运用[J].中外女性健康研究,2016(8):41.
- [2] 陈清,陈热花.益气养血汤结合护理干预治疗产后乳少的应用[J].中国中医药,2015,13(13):116-117.
- [3] 马艳群,谈诚,杨欣.补中益气颗粒治疗产后压力性尿失禁患者的临床效果分析[J].中国妇幼保健,2018,33(12):2692-2694.
- [4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(四部)[M].北京:中国医药科技出版社,2020:57-58.
- [5] 张玉杰,李明春,梁延春,等.参芪苓口服液的薄层色谱鉴别[J].云南中医学院学报,2015,38(3):21-24.
- [6] 吴炜,张培影,陈永刚,等.黄芪保心合剂质量标准[J].医药导报,2018,37(3):341-344.
- [7] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[M].北京:中国医药科技出版社,2020.
- [8] 房德敏,高颖,严震,等.微乳薄层色谱在中药成分分析中的应用[J].中草药,2011,42(9):1852-1856.
- [9] 李媛,朱建勇,顾伟鹰,等.瓜蒌当归降脂颗粒质量标准研究[J].中国药业,2021,30(6):50-54.
- [10] 陈莉,王盛,孟楣.HPLC法测定含黄芪中药制剂中毛蕊异黄酮葡萄糖苷的含量[J].中国药房,2018,29(15):2041-2044.
- [11] 林超,毛菊华.HPLC法同时测定鼻炎愈合剂中阿魏酸、绿原酸和蒙花苷含量[J].中国药师,2018,21(8):1488-1490.
- [12] 王玎,王利胜,巴文强,等.HPLC法同时测定补阳还五汤提取液中4种成分的含量[J].中国实验方剂学杂志,2015,21(9):46-49.
- [13] 沈丹丹,顾志荣,马天翔,等.扶正救肺方提取工艺的优化[J].中成药,2019,41(5):1180-1184.
- [14] 唐斌斌,杜书君,郝保华.黄芪补气养血合剂质量标准研究[J].中国药业,2018,27(22):40-42.

(收稿日期:2021-02-26;修回日期:2021-07-21)