

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2022.04.017

柴葶宁肺颗粒质量标准研究*

杨仁耐¹, 吴红燕¹, 李慧媛¹, 王举涛^{1,2}, 刘劲松^{1Δ}

(1. 安徽中医药大学, 安徽 合肥 230012; 2. 中药研究与开发安徽省重点实验室, 安徽 合肥 230012)

摘要:目的 建立柴葶宁肺颗粒的质量标准。方法 采用薄层色谱(TLC)法定性鉴别制剂中丹参、白芍、黄芩、钩藤4味药材;采用高效液相色谱法同时测定柴葶宁肺颗粒中芍药苷、黄芩苷、丹酚酸B、甘草酸、汉黄芩素的含量,色谱柱为Tabitha RZ-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-0.1%磷酸水溶液(梯度洗脱),流速为1 mL/min,检测波长为245 nm,柱温为30℃,进样量为10 μL。结果 丹参、白芍、黄芩、钩藤的TLC图斑点清晰,分离度好,阴性对照无干扰。芍药苷、黄芩苷、丹酚酸B、甘草酸、汉黄芩素质量浓度分别在13.01~130.14 μg/mL、14.85~148.53 μg/mL、9.49~94.86 μg/mL、1.28~12.76 μg/mL、1.25~12.54 μg/mL($r > 0.999\ 6$)范围内与峰面积线性关系良好;精密度、稳定性、重复性试验的RSD均小于2.0%($n = 6$);平均加样回收率分别为99.80%, 100.68%, 101.68%, 102.65%, 99.50%, RSD分别为1.48%, 1.52%, 0.95%, 1.91%, 1.35%($n = 6$)。结论 所建立的方法可用于柴葶宁肺颗粒的质量控制。

关键词:柴葶宁肺颗粒;薄层色谱法;高效液相色谱法;质量标准

中图分类号:R917

文献标志码:A

文章编号:1006-4931(2022)04-0070-05

Quality Standard of Chaiting Ningfei Granules

YANG Rennai¹, WU Hongyan¹, LI Huiyuan¹, WANG Jutao^{1,2}, LIU Jinsong¹

(1. Anhui University of Chinese Medicine, Hefei, Anhui, China 230012; 2. Anhui Province Key Laboratory of Research & Development of Chinese Medicine, Hefei, Anhui, China 230012)

Abstract: Objective To establish a quality standard of Chaiting Ningfei Granules. **Methods** Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizome, Paeoniae Radix Alba, Scutellariae Radix and Uncariae Ramulus cum Uncis in the preparation were identified by the thin layer chromatography (TLC) method. The contents of paeoniflorin, baicalin, paeonianolic acid B, glycyrrhizic acid and baicalein in Chaiting Ningfei Granules were determined by the high-performance liquid chromatography (HPLC) method, the chromatographic column was Tabitha RZ-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (gradient elution), the flow rate was 1 mL/min, the detection wavelength was 245 nm, the column temperature was 30℃, and the injection volume was 10 μL. **Results** The TLC spots of Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizome, Paeoniae Radix Alba, Scutellariae Radix and Uncariae Ramulus cum Uncis were clear and well separated, and the negative samples had no interference. The mass concentrations of paeoniflorin, baicalin, paeonianolic acid B, glycyrrhizic acid and baicalein showed a good relationship with the peak area in the ranges of 13.01-130.14 μg/mL, 14.85-148.53 μg/mL, 9.49-94.86 μg/mL, 1.28-12.76 μg/mL and 1.25-12.54 μg/mL ($r > 0.999\ 6$), respectively. The RSDs of precision, stability and repeatability tests were less than 2.0% ($n = 6$). The average recoveries of the five components were 99.80%, 100.68%, 101.68%, 102.65% and 99.50% with RSDs of 1.48%, 1.52%, 0.95%, 1.91%, 1.35% ($n = 6$), respectively. **Conclusion** The established method can be used for the quality control of Chaiting Ningfei Granules.

Key words: Chaiting Ningfei Granules; TLC; HPLC; quality standard

*基金项目:安徽省科技重大专项[18030801128]。

第一作者:杨仁耐,男,在读硕士研究生,研究方向为中药复方物质基础,(电子信箱)2816042601@qq.com。

Δ通信作者:刘劲松,男,教授,研究方向为中药复方物质基础,(电子信箱)jinsongliu108@sina.com。

- 大鼠心肺组织变化研究[J]. 中国呼吸与危重监护杂志, 2015, 14(4):380-383.
- [9] 陈慧勤,梁青龙,王梅爱,等. 探讨野百合碱诱导大鼠右心室心肌肥厚模型的方法[J]. 海峡药学, 2013, 25(11):40-43.
- [10] 何报作,覃俊佳,朱柏伊,等. 自消容的急性毒性实验[J]. 广西中医学院学报, 2004, 7(3):9-11.
- [11] 程敏,汤俊,蒋丽群,等. 自消容子水提取物对大鼠的毒性作用及肝损伤机制的初步研究[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(11):1800-1805.
- [12] 陆海琳,李斌,银胜高,等. 壮药大猪屎豆的显微鉴别[J]. 中国民族民间医药, 2014, 23(21):10-11.
- [13] 蒋丽群,程敏,高秋芳,等. 大猪屎豆种子中野百合碱的分析[J]. 中国药师, 2010, 13(12):1743-1744.
- [14] 马雪,刘春花,王爱民,等. 水黄花质量标准研究[J]. 中国药业, 2020, 29(17):47-51.
- [15] 王凯,欧春丽,张文玉,等. 瑶药花皮胶藤药材质量标准研究[J]. 中国药业, 2020, 29(13):60-62.

(收稿日期:2021-04-10;修回日期:2021-08-15)

柴葶宁肺颗粒由柴胡、葶苈子、黄芩、白芍、钩藤、全瓜蒌、姜半夏、地龙、乌梅、丹参、甘草等15味中药材组方,具有调肝理肺、止咳平喘等功效,主治支气管哮喘、慢性阻塞性肺疾病。原方剂为汤剂,存在服用量大、携带不方便等缺点,现按传统工艺,经水提取后研制成方便服用、易携带的口服颗粒剂,既遵循传统中药复方的经验,又尽可能保留处方中药材的有效成分,确保疗效。本研究中采用薄层色谱(TLC)法定性鉴别制剂中的丹参、白芍、黄芩、钩藤,采用高效液相色谱(HPLC)法测定制剂中芍药苷、黄芩苷、丹酚酸B、甘草酸、汉黄芩素的含量,以为柴葶宁肺颗粒质量标准的建立提供参考。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

ULTiMate 3000型色谱系统(赛默飞世尔科技<中国>有限公司);AUW220D型十万分之一电子天平(日本Shimadzu公司);FA2004B型万分之一电子天平(上海精密科学仪器有限公司);JK-250DB型超声仪(合肥金尼克机械制造有限公司)。

1.2 试药

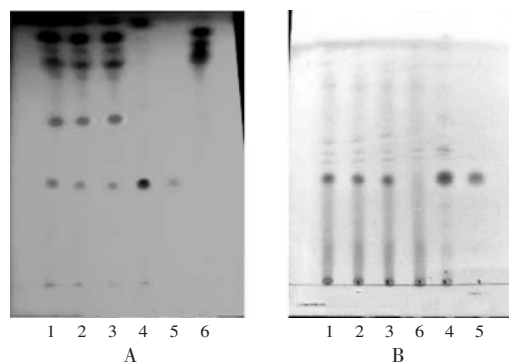
柴葶宁肺颗粒(淮北市中医医院制剂室,批号分别为20201001,20201002,20201003);丹酚酸B对照品(批号为DST190918-009,含量 $\geq 98\%$),芍药苷对照品(批号为MUST-16041901,含量 $\geq 99\%$),黄芩素对照品(批号为DST191012-024,含量 $\geq 98\%$),汉黄芩素对照品(批号为DST191023-025,含量 $\geq 98\%$),均购自成都德斯特生物技术有限公司;黄芩苷对照品(批号为110715-201318,含量 $\geq 93\%$),甘草酸铵对照品(批号为110731-201619,含量 $\geq 93\%$),丹参对照药材(批号为120923-201816),白芍对照药材(批号为120905-201610),黄芩对照药材(批号为120955-201810),钩藤对照药材(批号为121190-201204),均购自中国食品药品检定研究院;聚胺薄膜(浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂);硅胶G薄层板、硅胶GF₂₅₄薄层板(青岛海洋化工有限公司);乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别

丹参^[1-2]:取丹酚酸B对照品适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度为1 mg/mL的对照品溶液。取丹参对照药材1 g,加50 mL水,煮20 min,滤过,水浴蒸干,加甲醇1 mL使溶解,即得丹参对照药材溶液。取样品内容物10 g,置具塞锥形瓶中,加甲醇50 mL,超声(功率为200 W,频率为50 kHz,下同)处理30 min,滤过,滤液蒸干后加水10 mL使溶解,用乙醚萃取2次(每次10 mL),

合并有机相,水浴蒸干,加甲醇1 mL使溶解,即得供试品溶液。按柴葶宁肺颗粒处方和工艺制备缺丹参的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。吸取上述4种溶液各2 μ L,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以甲苯-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(2:3:4:2:0.5, V/V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。供试品溶液色谱中,在与对照品溶液和对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。详见图1A。



1-3. 供试品溶液 4. 对照药材溶液 5. 对照品溶液
6. 阴性对照品溶液
A. 丹参 B. 白芍

图1 丹参和白芍的薄层色谱图

1-3. Test solution 4. Reference material solution 5. Reference solution
6. Negative reference solution

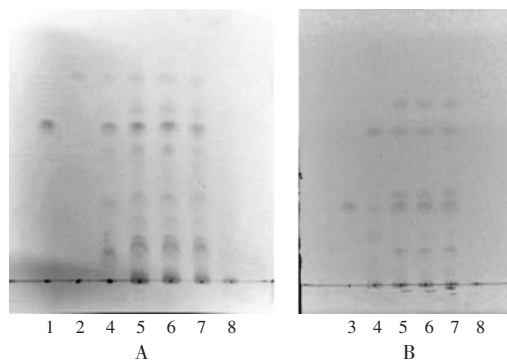
A. Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizome B. Paeoniae Radix Alba
Fig. 1 TLC chromatograms of Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizome and Paeoniae Radix Alba

白芍^[2-3]:取芍药苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度为1 mg/mL的对照品溶液。取白芍对照药材1 g,加50 mL水,煮20 min,滤过,水浴蒸干,加甲醇1 mL使溶解,即得白芍对照药材溶液。取样品内容物10 g,置具塞锥形瓶中,加无水乙醇50 mL,超声处理10 min,滤过,滤液蒸干后加甲醇1 mL使溶解,即得供试品溶液。按柴葶宁肺颗粒处方和工艺制备缺白芍的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。吸取上述4种溶液各2 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸乙醇溶液,在105 $^{\circ}$ C下加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中,在与对照品溶液和对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。详见图1B。

黄芩^[4]:取黄芩素和汉黄芩素对照品各适量,精密称定,加甲醇分别制成质量浓度为0.5 mg/mL的单一对照品溶液。取黄芩对照药材1 g,加50 mL水,煮20 min,滤过,水浴蒸干,加甲醇1 mL使溶解,即得黄芩对照药

材溶液。取样品内容物 10 g, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干后加水 10 mL 使溶解, 加稀盐酸调 pH 至 1~2, 滤过, 滤液用乙酸乙酯 10 mL 振摇提取, 分取有机相, 水浴蒸干, 加甲醇 1 mL 使溶解, 即得供试品溶液。按柴葶宁肺颗粒处方和工艺制备缺黄芩的阴性样品, 并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。吸取上述 5 种溶液各 5 μ L, 分别点于同一聚酰胺薄膜上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 (10:3:2.5:0.1, V/V/V/V) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷三氯化铝试液检视。供试品溶液色谱中, 在与对照品溶液和对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点, 阴性对照无干扰。详见图 2 A。

钩藤^[5]: 取钩藤碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成质量浓度为 1 mg/mL 的对照品溶液。另取钩藤对照药材 1 g, 加 50 mL 水, 煮 20 min, 滤过, 水浴蒸干, 加甲醇 1 mL 使溶解, 即得钩藤对照药材溶液。取样品内容物 10 g, 置具塞锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干后加 5% 氢氧化钠溶液 10 mL 使溶解, 用三氯甲烷萃取 2 次 (每次 10 mL), 合并有机相, 水浴蒸干, 加甲醇 1 mL 溶解, 即得供试品溶液。按柴葶宁肺颗粒处方和工艺制备缺钩藤的阴性样品, 并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。吸取上述 4 种溶液各 2 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-三氯甲烷-丙酮-氨水 (3:3:2:0.1, V/V/V/V) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以稀碘化铋钾试液。供试品溶液色谱中, 在与对照品溶液和对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点, 阴性对照无干扰。详见图 2 B。



1. 黄芩素对照品溶液 2. 汉黄芩素对照品溶液 3. 钩藤碱对照品溶液 4. 对照药材溶液 5-7. 供试品溶液 8. 阴性对照品溶液

A. 黄芩 B. 钩藤

图2 黄芩和钩藤的薄层色谱图

1. Reference solution of baicalcin 2. Reference solution of wogonin
3. Reference solution of rhynchophylline 4. Reference material solution
5-7. Test solution 8. Negative reference solution

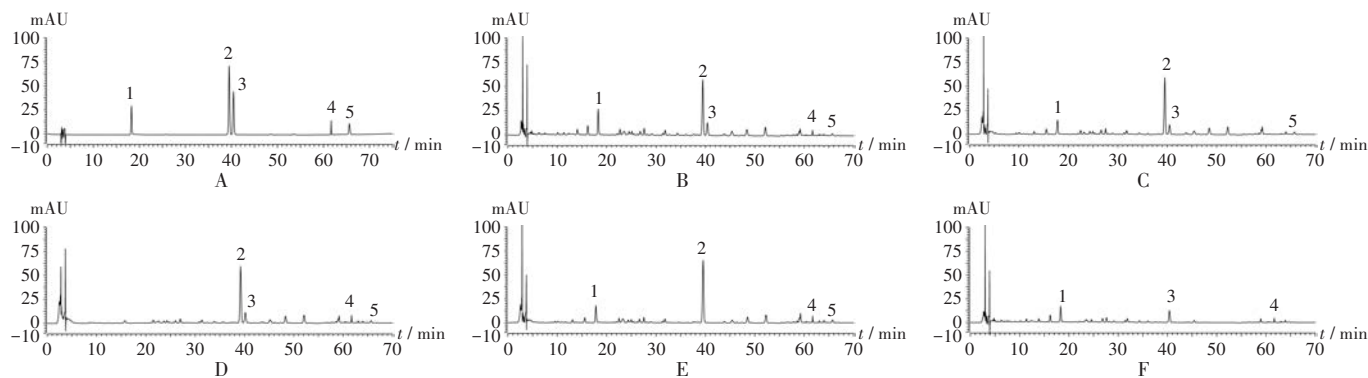
A. Scutellariae Radix B. Uncariae Ramulus cum Uncis

Fig. 2 TLC chromatograms of Scutellariae Radix and Uncariae Ramulus cum Uncis

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件

色谱柱: Tabitha RZ - C₁₈ 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈(A) - 0.1% 磷酸水溶液(B), 梯度洗脱 (0~10 min 时 10%A→15%A, 10~20 min 时 15%A→20%A, 20~50 min 时 20%A→29%A, 50~60 min 时 29%A→50%A, 60~70 min 时 50%A→15%A); 流速: 1 mL/min; 检测波长: 245 nm; 柱温: 30 °C; 进样量: 10 μ L。



1. 芍药苷 2. 黄芩苷 3. 丹酚酸B 4. 甘草酸 5. 汉黄芩素

A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 缺甘草的阴性对照品溶液 D. 缺白芍的阴性对照品溶液 E. 缺丹参的阴性对照品溶液 F. 缺黄芩的阴性对照品溶液

图3 高效液相色谱图

1. Paeoniflorin 2. Baicalin 3. Salvianolic acid B 4. Glycyrrhizic acid 5. Wogonin

A. Mixed reference solution B. Test solution C. Negative reference solution lacking Glycyrrhizae Radix et Rhizoma D. Negative reference solution lacking Paoniae Radix Alba E. Negative reference solution lacking Salviae Miltiorrhizae Radix et Rhizome F. Negative reference solution lacking Scutellariae Radix

Fig. 3 HPLC chromatograms

2.2.2 溶液制备

取各对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1 mL含芍药苷130.14 μg、黄芩苷148.53 μg、丹酚酸B 94.86 μg、甘草酸12.76 μg、汉黄芩素12.54 μg的混合对照品溶液。取样品内容物1.0 g,研细,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入甲醇50 mL,超声处理30 min,放冷,摇匀,经0.22 μm微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。按柴葶宁肺颗粒处方和工艺分别制备缺白芍、缺黄芩、缺丹参、缺甘草的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成相应阴性对照品溶液。

2.2.3 方法学考察

专属性试验:分别精密吸取2.2.2项下3种溶液各适量,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果阴性对照品溶液与混合对照品溶液色谱中相同保留时间处均无干扰峰,表明方法专属性良好。详见图3。

线性关系考察:分别精密量取2.2.2项下混合对照品溶液1,2,4,6,8 mL,置10 mL容量瓶中,加甲醇定容,摇匀,制成系列混合对照品溶液。取10 μL,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以待测成分质量浓度($X, \mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,回归方程与线性范围见表1。

表1 回归方程与线性范围($n=5$)

Tab.1 Regression equations and linear ranges($n=5$)

待测成分	回归方程	r	线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)
芍药苷	$Y_1 = 75.617X_1 + 0.0279$	0.9998	13.01~130.14
黄芩苷	$Y_2 = 217.58X_2 + 0.0295$	0.9998	14.85~148.53
丹酚酸B	$Y_3 = 212.49X_3 - 0.0520$	0.9998	9.49~94.86
甘草酸	$Y_4 = 0.0059X_4 - 0.0005$	0.9998	1.28~12.76
汉黄芩素	$Y_5 = 421.77X_5 + 0.0082$	0.9997	1.25~12.54

精密度试验:取2.2.2项下供试品溶液适量,按2.2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果芍药苷、黄芩苷、丹酚酸B、甘草酸、汉黄芩素峰面积的RSD分别为1.01%,0.85%,1.05%,1.18%,1.26%

($n=6$),表明方法精密度良好。

稳定性试验:取2.2.2项下供试品溶液适量,分别于室温下放置0,4,8,12,16 h时按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果芍药苷、黄芩苷、丹酚酸B、甘草酸、汉黄芩素峰面积的RSD分别为0.84%,1.02%,0.87%,1.23%,0.75%($n=5$),表明供试品溶液在室温放置16 h内基本稳定。

重复性试验:精密称取样品(批号为20201001)适量,各6份,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,再按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算样品含量。结果芍药苷、黄芩苷、丹酚酸B、甘草酸、汉黄芩素的平均含量分别为3.0478,5.7051,1.1038,0.1212,0.0788 mg/g,RSD分别为0.87%,1.64%,1.17%,0.43%,1.66%($n=6$),表明方法重复性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品(批号为20201001)适量,共9份,分别加入一定质量浓度的对照品溶液,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,再按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算回收率,结果见表2。

2.2.4 样品含量测定

取3批样品各适量,分别按2.2.2项下方法制备供试品溶液,再按2.2.1项下色谱条件进样测定,平行测定3次,记录峰面积,并计算样品含量,结果见表3。

3 讨论

柴葶宁肺颗粒组方中,柴胡主归肝、胆经,性寒,主升散;葶苈子主归肺、膀胱经,大寒之品,主降,临床用于痰多阻肺、咳嗽、呃逆等证,二者共为君药。黄芩、全瓜蒌、姜半夏三药均可调节胸闷、疏理气机、除热化痰,对咳嗽等呼吸道疾病有良好疗效^[6];钩藤味甘,性寒,归肝经,能清热、平熄肝风;地龙味咸,性寒,入肝、肺二经,平肝活络,清肺平喘;白芍养血敛阴、柔肝止痛;乌梅平肝敛肺化阴、生津,同时乌梅白芍相伍可有效抑制柴胡升发太过,耗气伤阴^[7],七药合用,共助君药调理肝

表2 加样回收试验结果($n=6$)

Tab.2 Result of the recovery test ($n=6$)

取样量 (g)	样品量(mg)					加入量(mg)					测得量(mg)					回收率(%)					$\bar{X}$ (%)					RSD(%)				
	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	A	B	C	D	E
0.5983	1.8131	3.4379	0.6584	0.0727	0.0470	1.65	3.00	0.60	0.08	0.04	3.4477	6.4267	1.2645	0.1562	0.0863	99.07	99.63	101.02	104.38	98.25										
0.5845	1.7600	3.3494	0.6374	0.0713	0.0457	1.65	3.00	0.60	0.08	0.04	3.4350	6.3803	1.2438	0.1533	0.0865	101.52	101.03	101.07	102.50	102.00										
0.5932	1.8091	3.3359	0.6457	0.0714	0.0457	1.65	3.00	0.60	0.08	0.04	3.4521	6.3209	1.2607	0.1539	0.0856	99.58	99.50	102.50	103.15	99.75	99.80	100.68	101.68	102.65	99.50	1.48	1.52	0.95	1.91	1.35
0.5893	1.7911	3.4365	0.6586	0.0713	0.0477	1.65	3.00	0.60	0.08	0.04	3.4475	6.5282	1.2614	0.1504	0.0871	100.39	103.06	100.47	98.88	98.50										
0.5953	1.8310	3.4107	0.6656	0.0723	0.0469	1.65	3.00	0.60	0.08	0.04	3.4375	6.4614	1.2781	0.1548	0.0866	97.36	101.69	102.08	103.12	99.25										
0.5794	1.7845	3.2271	0.6417	0.0702	0.0458	1.65	3.00	0.60	0.08	0.04	3.4489	6.2025	1.2592	0.1533	0.0855	100.87	99.18	102.91	103.88	99.25										

注:A为芍药苷,B为黄芩苷,C为丹酚酸B,D为甘草酸,E为汉黄芩素。

Note:A is paeoniflorin,B is baicalin,C is salvianolic acid B,D is glycyrrhizic acid and E is wogonin.

表3 样品含量测定结果(mg/g, n=3)

Tab. 3 Results of content determination of five components in the samples (mg/g, n=3)

批号	芍药苷	黄芩苷	丹酚酸B	甘草酸	汉黄芩素
20201001	3.152 3	5.673 2	1.168 9	0.139 7	0.082 2
20201002	3.096 7	5.557 3	1.203 6	0.142 3	0.076 4
20201003	3.140 3	5.632 9	1.183 2	0.136 2	0.083 1

肺,为臣药。甘草味甘,性平,有调和诸药功效,为使药^[8-9]。

参考2020年版《中国药典(一部)》及相关文献,对组方中各药味进行TLC摸索,发现柴胡、葶苈子、全瓜蒌、姜半夏、地龙、乌梅的TLC色谱均存在阴性干扰^[10-12],或供试品中未见相同斑点的情况,故暂未列入质量标准,有待进一步研究。方中丹参TLC鉴别时,由于制剂处方制备工艺为水煎煮,丹参酮Ⅱ_B为脂溶性成分,故选择丹酚酸B作为鉴别指标。供试品制备采用乙醇超声处理时,杂质点多,分离效果不佳。采用甲醇超声后用乙醚萃取,结果斑点清晰,无干扰。黄芩TLC鉴别时,先采用操作简单的GF₂₅₄板,紫外下检视,结果显示供试品斑点较多、分离度及点的成型性均较差。优化后采用聚酰胺薄膜,同一展开系统下展开,三氯化铝显色后,斑点清晰、分离度好。钩藤TLC鉴别时,首先按药典方法采用石油醚-丙酮为展开系统,但展开及分离度均欠佳,后将展开系统换成甲苯-三氯甲烷-丙酮-氨水,结果斑点清晰,分离度好。

药理学研究表明,黄芩苷、汉黄芩素可有效缓解机体咳喘,延长咳喘潜伏期,可治疗咳喘^[12-13]。甘草酸在预防和治疗肺纤维化及支气管炎等方面效果显著^[14]。白芍具有抗炎、调节免疫、保肝等药理活性。芍药苷是白芍中主要的活性物质^[15],可显著抑制模型小鼠肺部炎症、哮喘模型小鼠气道炎症^[16],芍药甘草汤具有平喘和抗过敏作用^[17]。丹参在治疗小儿重症肺炎、慢性阻塞性肺疾病有显著疗效^[18-19]。故选择上述5种成分作为多指标含量测定指标。

预试验中分别以乙腈-水、乙腈-0.1%磷酸水溶液、乙腈-0.2%磷酸水溶液、甲醇-水(梯度洗脱)作为流动相,结果采用乙腈-0.1%磷酸水溶液时,色谱峰分离效果好,峰形最佳。选择供试品溶液提取溶剂时,将50%甲醇、70%甲醇、甲醇作对比,结果甲醇提取

效率最高。预试验结果表明,同一波长下70 min内5种有效成分的分离效果和峰形均良好^[20-21]。

综上所述,本研究中建立的方法可用于柴葶宁肺颗粒的质量控制。

参考文献

- [1] 李晶,王小青,陈超,等. 南丹参药材薄层色谱研究[J]. 实用中西医结合临床,2016,16(7):78-80.
- [2] 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,2020:76-77,108.
- [3] 谢晓梅,戴淑娟,王伟,等. 牡丹皮配方颗粒质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2008,14(3):15-17.
- [4] 吴巧娜,邱琨,徐玉萍. 芩蒿清热颗粒的质量控制[J]. 河北医药,2017,39(11):1736-1738.
- [5] 黄敏. 回春丹的质量标准初步研究[J]. 中国民族民间医药,2013,22(5):14-16.
- [6] 果春雨. 小陷胸汤治疗咳嗽临床疗效观察[J]. 临床医药文献电子杂志,2019,6(67):141-142.
- [7] 李杨,王兵,周亚滨. 四逆散加味临床应用举隅[J]. 中医药信息,2010,27(2):56-57.
- [8] 郑彩霞,师勇. 调肝理肺法治疗支气管哮喘疗效观察[J]. 中医临床研究,2014,6(4):28-30.
- [9] 常林林. 咳喘宁胶囊联合孟鲁司特治疗咳嗽变异性哮喘的疗效观察[J]. 临床医药文献电子杂志,2015,2(17):3578-3579.
- [10] 任晓蕾,霍金海,张树明,等. 川菊止痛胶囊的质量标准研究[J]. 中国现代应用药学,2019,36(5):571-574.
- [11] 王婧. 乌梅薄层色谱鉴别分析方法综述[J]. 内蒙古中医药,2016,35(9):133-134.
- [12] 韩超,杨柳,张秋玲,等. 黄芩苷抗哮喘作用与HMGB1/TLR4传导通路的相关性研究[J]. 世界中医药,2019,14(6):1402-1407.
- [13] 柏芳芳. 汉黄芩素促进中性粒细胞凋亡和治疗重症哮喘作用的研究[D]. 南京:南京医科大学,2016.
- [14] 高瑕,李万成. 甘草酸制剂防治肺纤维化的研究进展[J]. 西北国防医学杂志,2020,41(11):718-723.
- [15] 吴玲芳,王晓晴,陈香茗,等. 白芍化学成分及药理作用研究进展[J]. 国际药学研究杂志,2020,47(3):175-187.
- [16] 刘家齐,赵正晓,魏颖,等. 芍药苷对哮喘模型小鼠气道炎症趋化因子及受体的干预作用[J]. 中国实验动物学报,2016,24(5):460-464.
- [17] 蔡宛如,钱华,朱渊红,等. 芍药甘草汤平喘和抗过敏作用的实验研究[J]. 中国中西医结合急救杂志,2000,7(6):341-342.
- [18] 张涛,张娟红,徐丽婷. 中药丹参类制剂临床研究及应用进展[J]. 实用药物与临床,2015,18(3):330-334.
- [19] 黄静. 丹参川芎嗪注射液治疗慢性阻塞性肺疾病临床观察[J]. 浙江中西医结合杂志,2013,23(7):544-546.
- [20] 唐斌斌,杜书君,韩子军,等. 丹芪祛风散质量标准研究[J]. 中国药业,2018,27(7):18-20.
- [21] 薛平,姚鑫,李莉. HPLC法同时测定玄麦甘桔颗粒中6种成分[J]. 中成药,2018,40(2):351-354.

(收稿日期:2021-03-12;修回日期:2021-08-05)

本栏目由

重庆药友制药有限责任公司

协办