

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2022.08.018

滋阴益胃胶囊质量标准提升研究*

翟秉涛¹,王嘉雯¹,高鸣蕾¹,秦松莹¹,邹俊波¹,程江雪¹,赵宗平²,郭东艳^{1△}

(1. 陕西中医药大学秦药特色资源研究与开发国家重点实验室<培育>·陕西省中药基础与新药研究重点实验室, 陕西 西安 712046; 2. 陕西威信制药有限公司, 陕西 西安 710065)

摘要:目的 提升滋阴益胃胶囊的质量标准。方法 采用薄层色谱(TLC)法对紫花地丁、朱砂七、天花粉、蒲公英、飞天蜈蚣七进行定性鉴别;采用高效液相色谱法同时测定制剂中5种成分的含量。结果 紫花地丁、朱砂七、天花粉、蒲公英、飞天蜈蚣七的TLC图斑点清晰,分离度好,阴性对照无干扰。虎杖苷、大黄素、大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷、大黄素甲醚、白藜芦醇进样量分别在0.035 7~1.714 3 μ g、0.017 9~0.857 2 μ g、0.035 7~1.714 3 μ g、0.007 1~0.342 8 μ g、0.017 9~0.857 2 μ g范围内与峰面积线性关系良好($r \geq 0.999 5, n = 5$);精密度、重复性、稳定性试验的RSD均小于3.1%;平均加样回收率分别为100.06%,99.35%,99.49%,98.89%,104.44%,RSD分别为0.31%,2.47%,0.76%,1.16%,1.47%($n = 6$);每粒样品分别含上述成分2.23~2.28 mg、0.38~0.39 mg、3.51~3.62 mg、0.15~0.16 mg、0.12 mg。结论 所建立的方法可用于滋阴益胃胶囊的质量控制。

关键词:滋阴益胃胶囊;薄层色谱法;高效液相色谱法;质量标准

中图分类号:R927;R917

文献标志码:A

文章编号:1006-4931(2022)08-0075-05

Improvement of Quality Standard of Ziyin Yiwei Capsules

ZHAI Bingtao¹, WANG Jiawen¹, GAO Minglei¹, QIN Songying¹, ZOU Junbo¹, CHENG Jiangxue¹, ZHAO Zongping², GUO Dongyan¹

(1. State Key Laboratory of Research & Development of Characteristic Qin Medicine Resources <Cultivation>, Shaanxi University of Chinese Medicine · Shaanxi Key Laboratory of Chinese Medicine Fundamentals and New Drugs Research, Xi'an, Shaanxi, China 712046; 2. Shaanxi Weixin Pharmaceutical Co., Ltd., Xi'an Shaanxi, China 710065)

Abstract: Objective To improve the quality standard of Ziyin Yiwei Capsules. **Methods** The qualitative identification of *Viola* Herba, *Polygonum Cillinerve*, *Trichosanthis Radix*, *Taraxaci Herba*, and *Aralia Chinensis* L. were carried out by thin-layer chromatography (TLC) method. The contents of five components in the preparation were simultaneously determined by high-performance liquid chromatography (HPLC) method. **Results** The TLC spots of *Viola* Herba, *Polygonum Cillinerve*, *Trichosanthis Radix*, *Taraxaci Herba*, and *Aralia Chinensis* L. were clear and well separated, and the negative control had no interference. The injection volume of polydatin, emodin, emodin-8-O- β -D-glucoside, physcion and resveratrol showed a good relationship with the peak area in the ranges of 0.035 7~1.714 3 μ g, 0.017 9~0.857 2 μ g, 0.035 7~1.714 3 μ g, 0.007 1~0.342 8 μ g and 0.017 9~0.857 2 μ g ($r \geq 0.999 5, n = 5$). The RSDs of precision, repeatability and stability tests were less than 3.1%, the average recoveries were 100.06%, 99.35%, 99.49%, 98.89%, 104.44% with RSDs of 0.31%, 2.47%, 0.76%, 1.16%, 1.47% ($n = 6$).

*基金项目:陕西省教育厅科学研究项目[15JF015];陕西中医药大学学科创新团队建设项目[2019-YL11]。

第一作者:翟秉涛,男,博士,讲师,研究方向为中药制剂新剂型及体内过程,(电子信箱)zbt17792075288@163.com。

△通信作者:郭东艳,女,博士,教授,研究方向为中药制剂新剂型及体内过程,(电子信箱)winter180@163.com。

测定,易造成系统误差;还有一种试行标准以CTP为对照品的外标法测定,CTP对照品具有较强的引湿性,并对温度敏感,需低温保存,易发生降解。以胞苷为对照品,不仅可准确测定样品中主成分的含量,同时,在后期研究中,可准确地测定有关物质中CTP的降解情况,便于对其他杂质的控制。

综上所述,现行药品质量标准中含量均匀度测定项存在一定问题。以胞苷为对照品的HPLC法测定注射用三磷酸胞苷二钠含量均匀度,方法更科学、更准确,能更好地控制产品质量。

参考文献

[1] 谢雪玲,王薇.三磷酸胞苷二钠早期干预脑瘫高危儿50例

及对神经内分泌的影响[J].中国药业,2015,24(24):96-98.

[2] 丁玉红,闫俊梅,闫静.三磷酸胞苷二钠联合鼠神经生长因子治疗新生儿缺氧缺血性脑病的疗效观察[J].现代药物与临床,2015,30(10):1268-1271.

[3] 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,2020:137.

[4] 赵璇,游畅,邵昭慧,等.HPLC测定注射用三磷酸胞苷二钠的含量[J].华西药学杂志,2020,35(3):309-312.

[5] 赵璇,游畅,张雪艳,等.注射用三磷酸胞苷二钠有关物质检验方法的建立[J].中国药品标准,2020,21(1):16-20.

[6] 陈雨,王利永,李文婷.HPLC法测定注射用三磷酸胞苷二钠的含量[J].中国医药工业杂志,2020,51(11):1428-1431.

(收稿日期:2021-08-26;修回日期:2021-11-18)

Each of capsule sample contained 2.23 – 2.28 mg, 0.38 – 0.39 mg, 3.51–3.62 mg, 0.15 – 0.16 mg, 0.12 mg of the above components. **Conclusion** The established method can be used for the quality control of Ziyin Yiwei Capsules.

Key words: Ziyin Yiwei Capsules; thin – layer chromatography; high – performance liquid chromatography; quality standard

滋阴益胃胶囊组方包括朱砂七、老龙皮、飞天蜈蚣七、天花粉、蒲公英和紫花地丁6味药材,具有清热解毒、活血止痛、滋阴益胃的功效,是临床治疗慢性胃炎、慢性萎缩性胃炎的常用中成药。该制剂现行质量标准为国家食品药品监督管理总局国家药品标准[WS – 5585(B – 0585) – 2014Z – 2016]。该质量标准鉴别项中以齐墩果酸为对照鉴别飞天蜈蚣七和老龙皮,存在专属性不强的问题,且缺少对紫花地丁和蒲公英的质量控制内容;朱砂七的含量测定仅以单一大黄素为控制指标,并且供试品溶液制备方法烦琐。本研究在滋阴益胃胶囊原质量标准基础上,结合文献报道的飞天蜈蚣七^[1-2]、朱砂七^[3-4]质量评价方法和2020年版《中国药典(一部)》紫花地丁、蒲公英^[5]质量标准项下有关方法,增加制剂中飞天蜈蚣七、紫花地丁、蒲公英药材的薄层色谱(TLC)鉴别项,并建立了制剂中大黄素、大黄素 – 8 – *O* – β – *D* – 葡萄糖苷、虎杖苷、大黄素甲醚和白藜芦醇5种成分的含量测定方法,为该制剂的进一步开发和质量控制提供可行方法。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司);ZF – 7 型紫外分析仪(上海嘉鹏科技有限公司);KQ – 500E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 试药

滋阴益胃胶囊(陕西威信制药有限公司,批号分别为 200801, 200802, 201101);紫花地丁(批号为 201806066),飞天蜈蚣七(批号为 202009021),朱砂七(批号为 201910031),老龙皮(批号为 202010020),天花粉(批号为 202009024),蒲公英(批号为 202010018),均购于陕西科兴药业有限公司;蒲公英对照药材(批号为 121195 – 201503),紫花地丁对照药材(批号为 121429 – 201605),天花粉对照药材(批号为 121361 – 201603),大黄素对照品(批号为 110756 – 201913,含量 $\geq 98\%$),大黄素甲醚对照品(批号为 110758 – 201608,含量 $\geq 98\%$),均购于中国食品药品检定研究院;大黄素 – 8 – *O* – β – *D* – 葡萄糖苷对照品(批号为 HR6143W4,含量 $\geq 98\%$),虎杖苷对照品(批号为 HR20522B1,含量 $\geq 98\%$),白藜芦醇对照品(批号为 HR14627S1,含量 $\geq 98\%$),*L* – 瓜氨酸对照品(批号为 HR20428W1,含量 $\geq 98\%$),秦皮乙素对照品(批号为 HR17123S1,含量 $\geq 98\%$),菊苣酸对照品(批号为 121614 – 201603,含量 $\geq$

98%),均购于宝鸡辰光生物科技有限公司;槲木皂苷 A 对照品(成都普菲德生物技术有限公司,批号为 181118,含量 $\geq 98\%$),其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 TLC 鉴别

朱砂七:称取样品内容物 1 g,精密称定,加 2% 硫酸溶液超声(功率 500 W,频率 40 kHz,下同)处理 30 min,滤过,乙醚萃取 3 次,挥干乙醚液,残渣加无水乙醇,即得供试品溶液。取大黄素和大黄素甲醚对照品各适量,精密称定,加甲醇分别制成每 1 mL 含 0.2 mg 和 0.05 mg 的单一对照品溶液。取朱砂七对照药材粉末适量,同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液;按滋阴益胃胶囊处方和工艺制备缺朱砂七的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药典(四部)》TLC 法^[6]试验,吸取上述溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚 – 甲酸乙酯 – 甲酸(15:5:1, *V/V/V*)上层液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品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 1 A。

紫花地丁:称取样品内容物 3 g,加甲醇超声处理 20 min,精密称定,滤过后挥干,残渣加热水溶解,滤过后蒸干,残渣再加甲醇溶解,即得供试品溶液。取秦皮乙素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的对照品溶液^[5,7]。取紫花地丁对照药材粉末适量,同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按滋阴益胃胶囊处方和工艺制备缺紫花地丁的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药典(四部)》TLC 法^[6]试验,吸取上述溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯 – 乙酸乙酯 – 甲酸(5:3:1, *V/V/V*)上层液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品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 1 B。

天花粉:称取样品内容物 3 g,精密称定,加稀乙醇超声处理 30 min,滤过,即得供试品溶液;取 *L* – 瓜氨酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的对照品溶液^[5,8]。取天花粉对照药材粉末适量,同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按滋阴益胃胶囊处方和工艺制备缺天花粉的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药

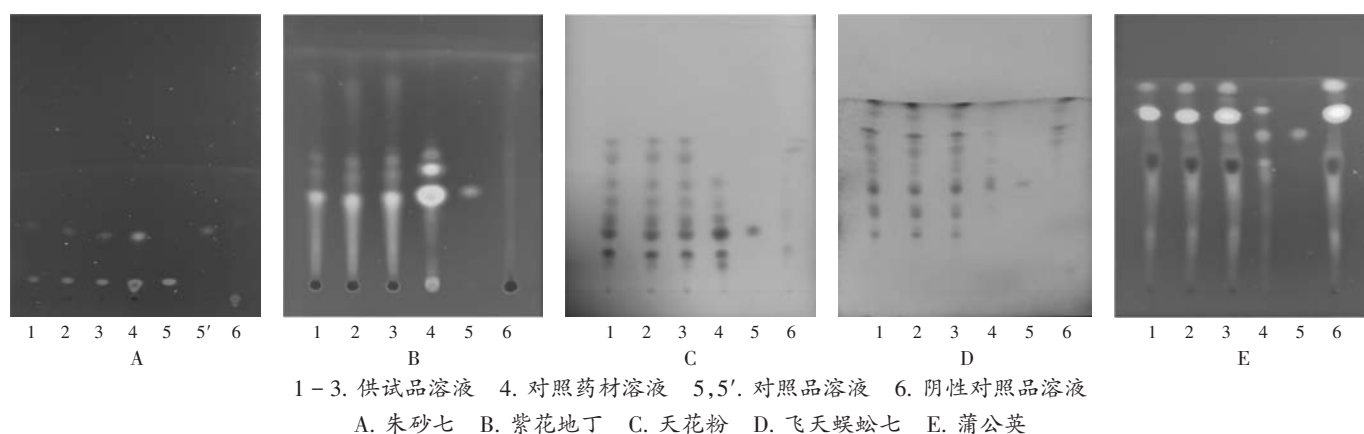


图1 薄层色谱图

1-3. Test solution 4. Reference medicinal material solution 5, 5'. Reference solution 6. Negative reference solution
A. Polygonum Cillinerve B. Viola Herba C. Trichosanthis Radix D. Aralia Chinensis L. E. Taraxaci Herba

Fig. 1 TLC chromatograms

典(四部)》TLC法^[6]试验,吸取上述溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-无水乙醇-冰醋酸-水(8:2:2:3, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷茚三酮试液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,置日光下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品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1 C。

飞天蜈蚣七:称取样品囊内容物3 g,精密称定,加甲醇超声处理30 min,滤过、挥干,残渣加蒸馏水溶解,水饱和正丁醇萃取3次,合并正丁醇液,再用正丁醇饱和的氨试液萃取去除杂质3次,合并正丁醇液,以正丁醇饱和的水萃至中性,合并正丁醇液,挥干后残渣加甲醇溶解,即得供试品溶液;取槐木皂苷A对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1 mL含0.2 mg的对照品溶液^[1-2]。取飞天蜈蚣对照药材粉末适量,同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按滋阴益胃胶囊处方和工艺制备缺飞天蜈蚣的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》TLC法^[6]试验,吸取上述溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10, V/V/V/V)下层液为展开剂,展开,取出,晾干,喷10%硫酸乙醇溶液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,置日光下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品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1 D。

蒲公英:称取样品内容物1 g,精密称定,加80%甲醇超声处理20 min,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。取菊苣酸对照品适量,精密称定,加80%甲醇,制成每1 mL含0.2 mg的对照品溶液^[5]。取蒲公英对照药材粉末适量,精密称定,同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按滋阴益胃胶囊处方和工艺制备缺蒲公英的

阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》TLC法^[6]试验,吸取上述溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸-水(6:12:5:2, V/V/V/V)为展开剂进行展开,展开,取出,晾干,喷1%三氯化铝乙醇溶液,紫外灯下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液和对照品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1 E。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件

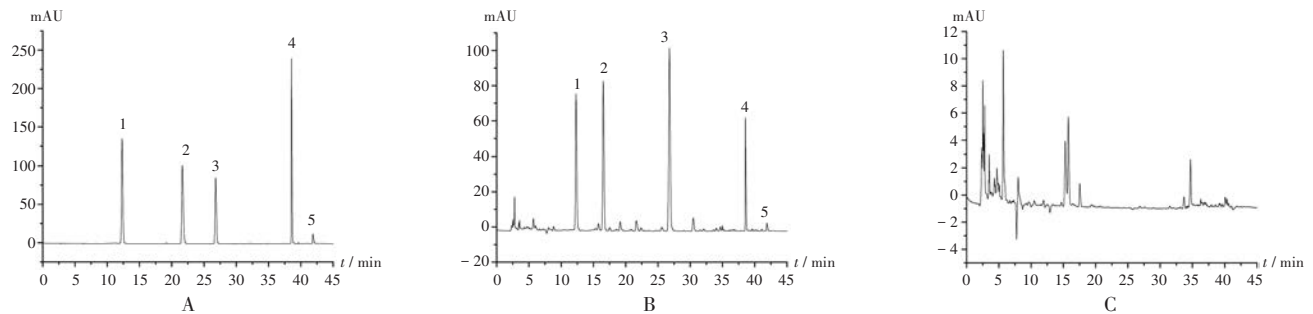
色谱柱:Agilent 1260 TC-C₁₈柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0~30 min时15% A $\rightarrow$ 35% A, 30~35 min时35% A $\rightarrow$ 85% A, 35~45 min时85% A);流速:1.0 mL/min;检测波长:290 nm;柱温:30 $^{\circ}$ C;进样量:10 μ L。

2.2.2 溶液制备

称取各对照品适量,精密称定,加甲醇制成白藜芦醇、大黄素、虎杖苷、大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷、大黄素甲醚质量浓度分别为71.43, 71.43, 142.86, 142.86, 28.57 μ g/mL的混合对照品溶液;称取样品内容物适量,精密称定,加70%甲醇,称定质量,超声处理10 min,冷却后再次称定质量,70%甲醇补足减失的质量,滤过,取续滤液3 mL,用70%甲醇定容至10 mL,滤过,取续滤液,即得供试品溶液;按滋阴益胃胶囊处方和工艺制备缺朱砂七的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液^[3]。

2.2.3 方法学考察

专属性试验:取2.2.2项下供试品溶液、对照品溶液、阴性对照品溶液各适量,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在与对照品溶液保留时间相同处无干扰峰,表明专属性良好。详见图2。



A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液
1. 虎杖苷 2. 白藜芦醇 3. 大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷 4. 大黄素 5. 大黄素甲醚

图2 高效液相色谱图

A. Mixed reference solution B. Test solution C. Negative reference solution
1. Polydatin 2. Resveratrol 3. Emodin-8-O-β-D-glucoside 4. Emodin 5. Physcion

Fig. 2 HPLC chromatograms

线性关系考察:分别精密量取2.2.2项下混合对照品溶液适量,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以待测成分进样量($X, \mu\text{g}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程。详见表1。

表1 线性关系考察结果

Tab. 1 Results of the linear relation test

待测成分	回归方程	r	线性范围(μg)
虎杖苷	$Y_1 = 319.29X_1 + 9.405$	0.999 5	0.035 7~1.714 3
白藜芦醇	$Y_2 = 264.53X_2 - 17.577$	0.999 9	0.017 9~0.857 2
大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷	$Y_3 = 313.52X_3 - 21.646$	0.999 9	0.035 7~1.714 3
大黄素	$Y_4 = 341X_4 - 23.007$	0.999 9	0.017 9~0.857 2
大黄素甲醚	$Y_5 = 46.063X_5 - 3.435$	0.999 9	0.007 1~0.342 8

精密度试验:取2.2.2项下混合对照品溶液适量,按2.2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果虎杖苷、白藜芦醇、大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷、大黄素、大黄素甲醚峰面积的RSD分别为0.99%,1.05%,1.06%,0.99%,1.64%($n=6$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取供试品溶液适量,分别于室温下放置0,2,4,8,10,12,24 h时按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。虎杖苷、白藜芦醇、大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷、大黄素、大黄素甲醚峰面积的RSD分别为0.57%,0.12%,0.64%,0.62%,0.76%($n=7$),表明供试品溶液在室温放置24 h内基本稳定。

重复性试验:取同一批样品适量,精密称定,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,记录峰面积并计算含量。结果虎杖

素甲醚平均含量分别为5.61,0.35,8.94,1.00,0.40 mg/g,RSD分别为1.15%,0.74%,1.15%,1.24%,3.05%($n=6$),表明方法重复性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品适量,精密称定,共6份,分别加入一定质量浓度的待测成分对照品溶液,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

本研究中原有朱砂七和天花粉TLC鉴别项的基础上增加了紫花地丁、飞天蜈蚣七、蒲公英药材的定性鉴别。原标准天花粉TLC项下,供试品采用加稀乙醇加热回流提取后加盐酸加热回流,以氢氧化钠调pH,操作较复杂,现参考2020年版《中国药典(一部)》天花粉TLC鉴别项下供试品提取方法,采用加稀乙醇超声滤过的方法进行提取^[5,9],操作简单,且分离效果较好。对飞天蜈蚣七进行TLC鉴别时,比较了文献中正丁醇饱和1%氢氧化钠溶液和正丁醇饱和氨试液2种去除杂质方法对结果的影响,结果显示,用正丁醇饱和氨试液进行除杂质,斑点清晰且分离效果较好;预试验中还考察了2种不同的展开系统对TLC鉴别的影响,结果显示,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10,V/V/V/V)下层液为展开系统相比氯仿-甲醇-水(65:35:10,V/V/V)下层液展开效果更佳^[1-2]。蒲公英和紫花地丁的定性鉴别方法,参考2020年版《中国药典(一部)》蒲公英和紫花地丁薄层鉴别项下供试品提取方法,并且蒲公英以其对照药材和菊苣酸为对照,紫花地丁以其对照药材和秦皮乙素为对照,分离效果均较好。

表 2 加样回收试验结果 ($n = 6$)
Tab. 2 Results of the recovery test ($n = 6$)

待测成分	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
虎杖苷	2.805 2	2.801 2	5.608 2	100.06	100.06	0.31
	2.800 6	2.801 2	5.612 6	100.39		
	2.809 3	2.801 2	5.614 8	100.15		
	2.807 5	2.801 2	5.599 6	99.68		
	2.806 4	2.801 2	5.599 8	99.72		
	2.802 8	2.801 2	5.614 3	100.37		
白藜芦醇	0.175 0	0.175 1	0.358 0	104.51	104.44	1.47
	0.174 6	0.175 1	0.354 7	102.86		
	0.173 3	0.175 1	0.359 4	106.28		
	0.173 5	0.175 1	0.356 5	104.51		
	0.178 4	0.175 1	0.357 9	102.51		
	0.172 8	0.175 1	0.358 3	105.94		
大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷	4.461 0	4.464 3	8.931 1	100.13	99.49	0.76
	4.464 2	4.464 3	8.859 6	98.46		
	4.463 1	4.464 3	8.921 2	99.86		
	4.466 5	4.464 3	8.946 2	100.34		
	4.465 6	4.464 3	8.875 7	98.79		
	4.465 7	4.464 3	8.902 2	99.38		
大黄素	0.519 0	0.510 2	1.028 8	99.92	99.35	2.47
	0.509 8	0.510 2	1.024 7	100.92		
	0.515 9	0.510 2	1.039 5	102.63		
	0.506 3	0.510 2	0.999 6	96.69		
	0.508 6	0.510 2	0.999 9	96.30		
	0.510 2	0.510 2	1.018 5	99.63		
大黄素甲醚	0.202 0	0.204 1	0.406 0	99.95	98.89	1.16
	0.205 6	0.204 1	0.408 7	99.51		
	0.207 3	0.204 1	0.408 4	98.53		
	0.209 5	0.204 1	0.408 5	97.50		
	0.201 4	0.204 1	0.405 8	100.15		
	0.207 9	0.204 1	0.407 3	97.70		

表 3 样品中 5 种成分平均含量测定结果 (mg / 粒, $n = 3$)
Tab. 3 Results of average content determination of five components in the samples (mg / capsule, $n = 3$)

批号	虎杖苷	白藜芦醇	大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷	大黄素	大黄素甲醚
200801	2.28	0.12	3.53	0.39	0.15
200802	2.23	0.12	3.51	0.38	0.15
201101	2.26	0.12	3.62	0.38	0.16

朱砂七为样品处方中的主要药材,主要含二苯乙烯和蒽醌类成分,二苯乙烯类成分以虎杖苷为主,具有强心、抗肿瘤及抗氧化等作用;蒽醌类成分以大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷为主,具有抗菌、消炎等作用^[4,10-11]。故本试验中在原有的单一大黄素为指标的

含量测定的基础上,增加了白藜芦醇、虎杖苷、大黄素-8-O- β -D-葡萄糖苷、大黄素甲醚 4 种成分进行含量测定,能更好地评价样品质量。同时预试验中,还比较了加酸水解提取(索氏提取)、纯甲醇提取和 70% 甲醇提取 3 种不同的样品处理方法,发现样品经 70% 甲醇提取所测得的各对照品成分含量最高,故采用 70% 甲醇处理样品。在含量测定方法的建立过程中,分别考察了不同流动相(甲醇-0.1% 磷酸水溶液、乙腈-0.1% 甲酸水溶液和乙腈-0.1% 磷酸水溶液)、不同检测波长(290 nm、254 nm、210 nm、203 nm)对 5 种成分含量测定结果的影响,确定乙腈-0.1% 磷酸水溶液通过 45 min 梯度洗脱,在 290 nm 波长处的色谱峰形对称性及分离度均较好^[12-13]。

综上所述,本研究中建立的方法可用于滋阴益胃胶囊的质量控制。但本试验中未对制剂中老龙皮药材进行 TLC 鉴别,后续有待进一步研究。另外,本试验中仅以朱砂七中的成分作为指标性成分进行含量测定,后续还需增加其他药材有效成分作为质控指标,如飞天蜈蚣七中的槐木皂苷 A 和老龙皮中的网脊衣酸 A 等,以更好地完善滋阴益胃胶囊的质量标准。

参考文献

[1] 师延琼,王 幸,覃鸿恩,等. 太白槐木薄层色谱鉴别方法研究[J]. 现代中药研究与实践,2012,26(6):16-18.
[2] 郑 蓓,郭东艳,唐志书,等. 太白槐木饮片质量标准研究[J]. 陕西中医学院学报,2014,37(2):85-87.
[3] 任 慧,雷 琨,崔小敏,等. 高效液相色谱法同时测定朱砂七中 5 种成分的含量[J]. 中南药学,2020,18(5):822-824.
[4] 戚欢阳. 中药朱砂七中活性成分分析[J]. 海峡药学,2019,31(8):50-52.
[5] 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,2020:57,352,367.
[6] 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,2020:59-60.
[7] 陈胡兰. 紫花地丁化学成分及质量控制研究[D]. 成都:成都中医药大学,2009.
[8] 张 秋,李云霞,胡晓梅,等. 阿胶、藕节、天花粉等氨基酸薄层层析方法研究与改进[J]. 中国当代医药,2012,19(29):66-67.
[9] 曹 敏,彭朝霞. 薄层色谱法鉴别天花粉及其相似品的氨基酸类成分[J]. 中国药业,2010,19(12):80-81.
[10] 李春燕,韩莉萍,周天娇,等. 不同提取方法对朱砂七总大黄素含量的影响[J]. 海峡药学,2018,30(8):23-25.
[11] 杨海燕,张 成. 高效液相色谱法测定朱砂七中虎杖苷含量[J]. 中国药业,2011,20(10):29-30.
[12] 董臣林,姜 迪,李拓新,等. 清热止痛合剂质量标准提升研究[J]. 中国药业,2021,30(5):72-75.
[13] 覃媛媛,杨宗荣,罗艳珠,等. 养心康胶囊质量标准提升研究[J]. 中国药业,2021,30(16):95-98.

(收稿日期:2021-08-10;修回日期:2021-11-19)