

中图分类号: R932; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2023)07-0081-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2023.07.018



河车大造胶囊质量标准研究*

汪艳, 王荭晖[△], 杜赛

(安徽省黄山市产品质量检验研究院, 安徽 黄山 245000)

摘要:目的 完善河车大造胶囊的质量标准。方法 采用薄层色谱法定性鉴别制剂中的紫河车、黄柏、熟地黄、龟甲;采用高效液相色谱法测定制剂中盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱的含量,色谱柱为 Inertsil ODS-3 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-1% 磷酸二氢钾溶液(梯度洗脱),流速为 1.0 mL/min,检测波长为 284 nm,柱温为 30℃,进样量为 5 μL。结果 紫河车、黄柏、熟地黄、龟甲的薄层色谱斑点显色清晰,分离度好,且阴性对照无干扰。盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱进样量分别在 0.098 7~1.974 9 μg、0.011 1~0.221 5 μg、0.010 4~0.207 3 μg、0.256 5~5.129 1 μg 范围内与峰面积线性关系良好($r=0.999\ 9, 0.999\ 9, 0.999\ 9, 0.999\ 8, n=6$);精密度、重复性、稳定性试验的 RSD 均小于 2.0%($n=6$);平均加样回收率分别为 95.01%, 97.24%, 95.86%, 95.05%, RSD 分别为 0.51%, 1.38%, 0.33%, 0.46%($n=6$)。结论 该方法便捷准确,可用于河车大造胶囊的质量控制。

关键词:河车大造胶囊;薄层色谱法;高效液相色谱法;质量控制

Quality Standard of Heche Dazao Capsules

WANG Yan, WANG Honghui, DU Sai

(Huangshan Institute of Product Quality Inspection, Huangshan, Anhui, China 245000)

Abstract: **Objective** To improve the quality standard of Heche Dazao Capsules. **Methods** Placenta Hominis, Phellodendri Chinensis Cortex, Rehmanniae Radix Praeparata and Testudinis Carapax et Plastrum in the preparation were identified qualitatively by the thin-layer chromatography (TLC) method. The contents of phellodendrine chloride, jatrorrhizine hydrochloride, palmatine hydrochloride and berberine hydrochloride in the preparation were determined by the high-performance liquid chromatography (HPLC) method. The chromatographic column was Inertsil ODS-3 column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-1% potassium dihydrogen phosphate solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 284 nm, the column temperature was 30℃, and the injection volume was 5 μL. **Results** The TLC chromatogram of Placenta Hominis, Phellodendri Chinensis Cortex, Rehmanniae Radix Praeparata and Testudinis Carapax et Plastrum had clear spots and good separation, with no interference from the negative reference. The linear ranges of phellodendrine chloride, jatrorrhizine hydrochloride, palmatine hydrochloride and berberine hydrochloride were 0.098 7-1.974 9 μg, 0.011 1-0.221 5 μg, 0.010 4-0.207 3 μg and 0.256 5-5.129 1 μg ($r=0.999\ 9, 0.999\ 9, 0.999\ 9, 0.999\ 8, n=6$) respectively. The RSDs of precision, repeatability and stability tests were lower than 2.0% ($n=6$). The average recoveries of phellodendrine chloride, jatrorrhizine hydrochloride, palmatine hydrochloride and berberine hydrochloride were 95.01%, 97.24%, 95.86% and 95.05% respectively, with

*基金项目:安徽省黄山市2020年度科技计划项目[2020KN-16]。

第一作者:汪艳,女,大学本科,主管中药师,研究方向为中药检验及质量标准,(电子信箱)93774046@qq.com。

[△]通信作者:王荭晖,男,大学本科,主任中药师,研究方向为中药质量标准及药品抽检,(电子信箱)ahhshwhh@qq.com。

- 2013,19(7):77-80.
- [6] 汪秀月,沈黎,贺子华,等. GC法测定壮骨麝香止痛膏中4种成分的含量[J]. 安徽医药,2007,11(12):1100.
- [7] 孙晓梅,代东梅,常雪灵,等. GC法同时测定麝香壮骨膏中樟脑、薄荷脑、冰片和水杨酸甲酯的含量[J]. 中成药,2007,29(7):1004-1008.
- [8] 李海燕,康建,李彦超,等. GC-MS法同时测定伤湿止痛膏中樟脑、薄荷脑、冰片和水杨酸甲酯的含量[J]. 解放军药学报,2018,34(6):510-513.
- [9] 王艳伟,李桂本,代雪平. 气相色谱法测定活血消痛酊中樟脑、薄荷脑、龙脑和异龙脑的含量[J]. 西北药学杂志,2019,34(5):612-614.
- [10] 申二永. 壮骨麝香止痛膏的质量标准研究[J]. 西北药学杂志,2020,35(4):485-489.
- [11] 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,2020:233.
- [12] 朱静,贾晓斌,郑智音,等. 挥发性成分在橡胶膏剂处方中的作用及如何提高其稳定性[J]. 中华中医药杂志,2012,27(5):1360-1364.
- [13] 王永刚. 热压法生产橡胶膏剂工艺探讨[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(21):222-226.
- [14] 王永刚. 橡胶贴膏剂制备方法的应用分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(13):231-234.

(收稿日期:2022-06-10;修回日期:2022-11-27)

RSDs of 0.51%, 1.38%, 0.33% and 0.46% ($n = 6$) respectively. **Conclusion** The method is convenient and accurate, which can be used for the quality control of Heche Dazao Capsules.

Key words: Heche Dazao Capsules; TLC; HPLC; quality control

河车大造胶囊是以紫河车、黄柏、熟地黄、龟甲、天冬、杜仲、麦冬、牛膝8味中药配制生产的胶囊剂,具有清热滋阴、益肺补肾之功效,适用于肺肾二亏、腰膝酸软、虚劳干嗽、潮热骨蒸、盗汗遗精等阴虚证及肺肾阴虚型稳定期慢性阻塞性肺疾病^[1-2]。在肿瘤化疗中对骨髓、肾脏、肝脏等起保护作用^[3],可改善食管癌患者放疗引起的白细胞计数下降^[4],目前,本品种现行国家标准^[3]鉴别项下仅有显微鉴别,含量测定项下以薄层色谱(TLC)法定量盐酸小檗碱含量,样品制备烦琐,提取时间长,重复性和稳定性均较差,定量分析结果不可靠。为完善河车大造胶囊的质量标准,保障临床用药安全、有效,本研究中采用TLC法定性鉴别制剂中的紫河车、黄柏、熟地黄、龟甲,采用高效液相色谱(HPLC)法测定盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀和盐酸小檗碱的含量。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

LC-20AT型高效液相色谱仪(日本岛津公司);ME204E型电子天平(精度为0.1 mg),XS105型电子天平(精度为0.01 mg),均购于梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;TLC自动成像系统(瑞士卡玛公司);Elmasonic S300H型超声仪(德国艾尔玛公司,功率为300 W,频率为37 kHz);AXTD5G型离心机(安信实验仪器有限公司)。

1.2 试药

盐酸黄柏碱对照品(批号为111895-201504,含量以98.7%计),盐酸巴马汀对照品(批号为110732-200907,含量以86.1%计),盐酸小檗碱对照品(批号为110713-202015,含量以85.9%计),紫河车对照药材(批号为121576-201202),黄柏对照药材(批号为121510-201807),熟地黄对照药材(批号为121196-202007),龟甲对照药材(批号为121494-201604),均购于中国食品药品检定研究院;盐酸药根碱对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号为Z05D10X104878,含量 $\geq 98\%$);乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为超纯水;河车大造胶囊(黄山市天目药业有限公司,批号分别为190802,1909021,200103,201002,210101,210102,210103,210201,210403,211102)。

2 方法与结果

2.1 TLC鉴别

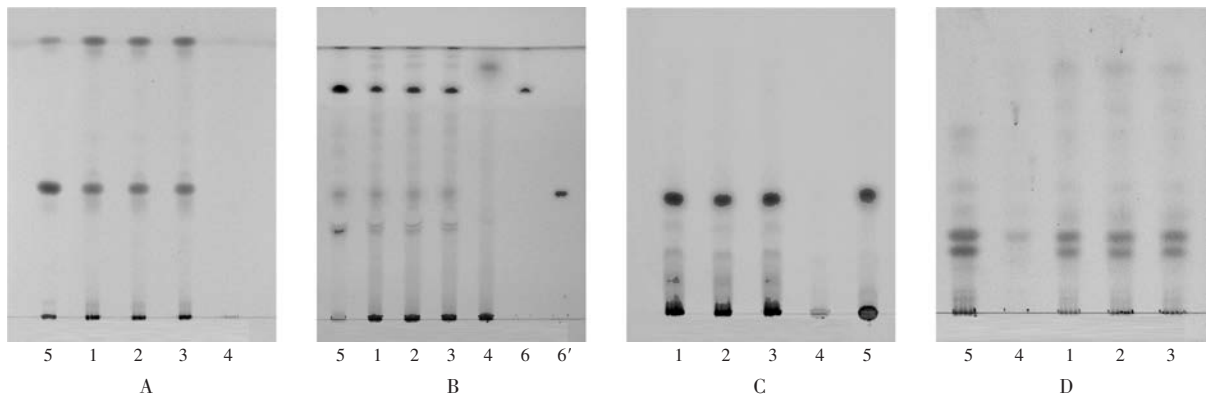
紫河车^[5-6]:取样品内容物2 g,加三氯甲烷10 mL,超声30 min,滤过,滤液浓缩至2 mL,作为供试品溶液。

取紫河车对照药材1 g,同法制备对照药材溶液。按处方工艺制备不含紫河车的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。照2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验,吸取上述3种溶液各2 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(8:2, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以20%高氯酸溶液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,日光下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图1 A。

黄柏^{[7]318}:取样品内容物0.5 g,加1%醋酸甲醇溶液40 mL,超声20 min,滤过,滤液浓缩至2 mL,作为供试品溶液。取黄柏对照药材0.1 g,同法制备对照药材溶液。分别取盐酸黄柏碱、盐酸小檗碱对照品各适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度为0.5 mg/mL的对照品溶液。按处方工艺制备不含黄柏的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。照2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验,吸取上述5种溶液各2 μ L,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(30:15:4, V/V/V)的下层溶液为展开剂,置氨蒸气饱和的展开缸中,展开,取出,置紫外光灯(254 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荧光斑点,且阴性对照无干扰。详见图1 B。

熟地黄^{[7]743}:取样品内容物2 g,加水60 mL煮沸,放冷,离心,取上清液,用乙酸乙酯提取2次,每次30, 20 mL,合并上层溶液,蒸干,加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。取熟地黄对照药材2 g,加水适量,煎煮1 h,同法制备对照药材溶液。按处方工艺制备不含熟地黄的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。照2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验,吸取上述3种溶液各5 μ L,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以乙酸乙酯-环己烷(1:1, V/V)为展开剂,展开,取出,置紫外光灯(254 nm)下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的荧光斑点,且阴性对照无干扰。详见图1 C。

龟甲^{[7]187}:取样品内容物3 g,加甲醇10 mL,超声30 min,滤过,蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。取龟甲对照药材3 g,加水200 mL,煮沸2 h,离心,取上清液,蒸干,同法制备对照药材溶液。按处方工艺制备不含龟甲的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。照2020年版《中国药典(四部)》



1 - 3. 供试品溶液(批号分别为210102,210103,210403) 4. 阴性对照品溶液 5. 对照药材溶液 6,6'. 对照品溶液(盐酸小檗碱和盐酸黄柏碱)

A. 紫河车(日光) B. 黄柏(254 nm) C. 熟地黄(254 nm) D. 龟甲(日光)

图1 薄层色谱图

1 - 3. Test solution (batch number:210102,210103,210403) 4. Negative reference solution 5. Solution of reference medicinal materials

6,6'. Reference solution (berberine hydrochloride and phellodendrine chloride, respectively)

A. Placenta Hominis (sunlight) B. Phellodendri Chinensis Cortex (254 nm) C. Rehmanniae Radix Praeparata (254 nm) D. Testudinis Carapax et Plastrum (sunlight)

Fig.1 TLC chromatograms

通则0502 TLC法试验,吸取上述3种溶液各5 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板,以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:1, V/V/V)为展开剂,展开,取出,喷以0.5%茚三酮乙醇试液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点清晰,日光下检视。供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图1 D。

2.2 含量测定^{[7]14,517,[8-11]}

2.2.1 色谱条件

色谱柱:Inertsil ODS-3柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m);流动相:乙腈(A)-1%磷酸二氢钾溶液(B),梯度洗脱(0~20 min时90%B $\rightarrow$ 80%B,20~30 min时80%B $\rightarrow$ 70%B,30~50 min时70%B $\rightarrow$ 50%B);流速:1.0 mL/min;柱温:30 $^{\circ}$ C;检测波长:284 nm;进样量:5 μ L。理论板数按盐酸小檗碱峰计不低于5 000。

2.2.2 溶液制备

混合对照品溶液:取盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀和盐酸小檗碱对照品各适量,精密称定,分别加1%盐酸甲醇溶液制成每1 mL含1.974 9,0.221 5,0.207 3,5.129 1 mg的对照品贮备液;分别精密量取上述对照品贮备液各1 mL,置20 mL容量瓶中,加1%盐酸甲醇溶液稀释并定容,摇匀,即得盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱质量浓度分别为98.7,11.1,10.4,256.5 μ g/mL的溶液。

供试品溶液:取样品内容物,混匀,研细,取2.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入1%盐酸甲醇25 mL,称定质量,超声处理(功率250 W,频率35 kHz)30 min,放冷,再次称定质量,用1%盐酸甲醇补足减失

的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

阴性样品溶液:按河车大造胶囊处方工艺制备缺黄柏的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备缺黄柏的阴性样品溶液。

2.2.3 方法学考察

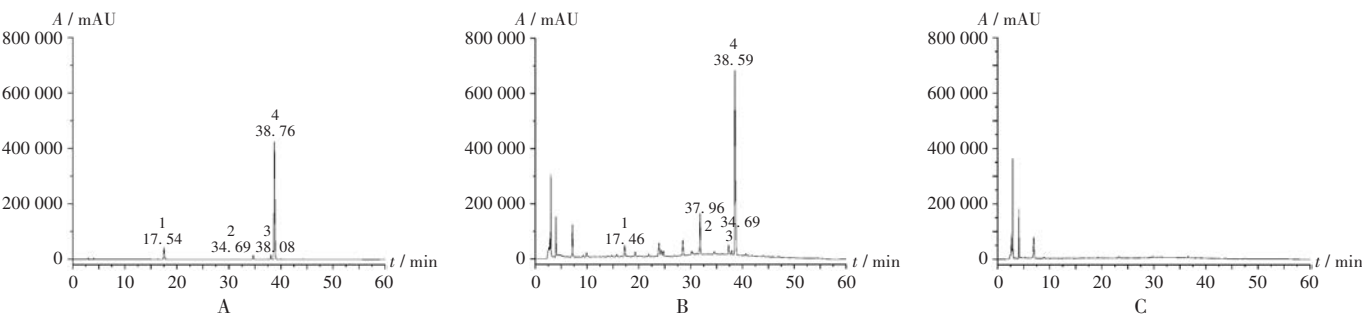
专属性试验:精密吸取2.2.2项下3种溶液各5 μ L,按2.2.1项下色谱条件进样测定,供试品溶液色谱中,在与混合对照品溶液中盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱相应位置上均有相同保留时间的色谱峰,且阴性对照无干扰,表明方法专属性较好。色谱图见图2。

线性关系考察:精密吸取2.2.2项下对照品贮备液1.0 mL,分别置100,50,25,20,10,5 mL容量瓶中,用1%盐酸甲醇定容,制得不同质量浓度的对照品溶液,按2.2.1项下色谱条件依次进样测定,以对照品溶液进样量(X, μ g)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表1。

表1 线性关系考察及精密度、稳定性、重复性试验结果(n=6)

Tab.1 Results of the linear relation,precision, stability and repeatability tests (n=6)

成分	回归方程	r	线性范围 (μ g)	RSD(%)		
				精密度 试验	重复性 试验	稳定性 试验
盐酸黄柏碱	$Y = 1.21 \times 10^6 X - 1.18 \times 10^4$	0.999 9	0.098 7~1.974 9	0.70	1.30	1.55
盐酸药根碱	$Y = 3.13 \times 10^6 X - 4.71 \times 10^3$	0.999 9	0.011 1~0.221 5	0.83	0.62	1.35
盐酸巴马汀	$Y = 3.45 \times 10^6 X - 5.25 \times 10^3$	0.999 9	0.010 4~0.207 3	0.71	1.20	1.45
盐酸小檗碱	$Y = 2.67 \times 10^6 X + 3.37 \times 10^4$	0.999 8	0.256 5~5.129 1	0.83	1.80	0.53



1. 盐酸黄柏碱 2. 盐酸药根碱 3. 盐酸巴马汀 4. 盐酸小檗碱
A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性样品溶液

图2 高效液相色谱图

1. Phellodendrine chloride 2. Jatrorrhizine hydrochloride 3. Palmatine hydrochloride 4. Berberine hydrochloride
A. Mixed reference solution B. Test solution C. Negative sample solution

Fig. 2 HPLC chromatograms

精密度试验:取2.2.2项下对照品溶液适量,按2.2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果见表1,表明仪器精密度良好。

重复性试验:取样品(批号为210403)内容物,精密称定,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果见表1,表明方法重复性良好。

稳定性试验:取样品(批号为210403)内容物适量,精密称定,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,于0,4,8,12,16,20 h时进样测定,记录峰面积。结果见表1,表明供试品溶液在20 h内稳定性良好。

加样回收试验:取样品(批号为210403)内容物6份,每份1.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加入与样品含量1:1的对照品溶液,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,计算加样回收率。结果见表2,表明方法准确度良好。

2.2.4 样品含量测定

取10批样品,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,按外标法计算样品含量。结果见表3。

3 讨论

3.1 TLC 鉴别

TLC条件筛选:紫河车预试验中,考察了2种展开系统,结果石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(8:2,V/V)比甲苯-丙酮(9:1,V/V)的分离效果好,且毒性小。黄柏预试验中,优化了2020年版《中国药典(一部)》项下黄柏的质量标准,增加了盐酸小檗碱对照品,提取方法比较了15,40,60℃温度条件下的超声提取效果,结果15,40,60℃超声提取的斑点一致,故不规定温度;薄层板比较了硅胶G板、H板、GF₂₅₄板,结果GF₂₅₄板的斑点显色较佳,故采用GF₂₅₄板。熟地黄预试验中,考察了3种展开系统,结果显示,乙酸乙酯-环己烷(1:1,V/V)比

表2 加样回收试验结果(n=6)

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

成分	取样量 (g)	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
盐酸黄柏碱	1.002 5	1.283 5	1.382 4	2.600 2	95.25	95.01	0.51
	1.001 6	1.282 3	1.382 4	2.589 6	94.57		
	1.000 5	1.280 9	1.382 4	2.586 2	94.42		
	1.002 0	1.282 9	1.382 4	2.598 4	95.16		
	1.001 8	1.282 6	1.382 4	2.606 1	95.74		
	1.002 7	1.283 8	1.382 4	2.596 3	94.94		
盐酸药根碱	1.002 5	0.133 6	0.132 9	0.264 8	98.72	97.24	1.38
	1.001 6	0.133 5	0.132 9	0.262 7	97.22		
	1.000 5	0.133 4	0.132 9	0.263 7	98.04		
	1.002 0	0.133 6	0.132 9	0.260 5	95.49		
	1.001 8	0.133 5	0.132 9	0.264 0	98.19		
	1.002 7	0.133 7	0.132 9	0.261 0	95.79		
盐酸巴马汀	1.002 5	0.120 7	0.124 4	0.239 8	95.74	95.86	0.33
	1.001 6	0.120 6	0.124 4	0.239 7	95.74		
	1.000 5	0.120 5	0.124 4	0.239 2	95.42		
	1.002 0	0.120 6	0.124 4	0.239 8	95.82		
	1.001 8	0.120 6	0.124 4	0.240 4	96.30		
	1.002 7	0.120 7	0.124 4	0.240 3	96.14		
盐酸小檗碱	1.002 5	6.443 0	6.667 8	12.742 1	94.47	95.05	0.46
	1.001 6	6.437 2	6.667 8	12.790 8	95.29		
	1.000 5	6.430 1	6.667 8	12.731 9	94.51		
	1.002 0	6.439 8	6.667 8	12.799 2	95.37		
	1.001 8	6.438 5	6.667 8	12.797 2	95.36		
	1.002 7	6.444 3	6.667 8	12.797 7	95.28		

乙酸乙酯-甲醇-甲酸(16:0.5:2,V/V/V)和二甲苯-乙酸乙酯(1:1,V/V)的展开效果佳;薄层板比较了硅胶G板、H板、GF₂₅₄板,结果熟地黄于254 nm波长处斑点显色清晰,故采用GF₂₅₄板。龟甲预试验中,考察了2种展开系统,结果正丁醇-冰醋酸-水(4:1:1,V/V/V)

表3 10批样品中4种成分含量测定结果(mg/g)

Tab. 3 Results of content determination of four components in 10 batches of samples (mg/g)

样品批号	盐酸黄柏碱	盐酸药根碱	盐酸巴马汀	盐酸小檗碱
190802	1.63	0.11	0.13	5.96
1909021	1.24	0.15	0.12	5.76
200103	1.42	0.16	0.13	5.82
201002	1.53	0.14	0.14	6.00
210101	1.44	0.19	0.17	7.01
210102	1.52	0.16	0.12	8.05
210103	1.29	0.13	0.15	6.96
210201	1.11	0.11	0.13	6.48
210403	1.35	0.13	0.13	6.49
211102	1.69	0.13	0.16	8.23

比甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(15:2:1:0.6, V/V/V/V)的展开效果佳;显色剂考察了10%硫酸乙醇和0.5%茚三酮乙醇溶液,结果后者显色斑点清晰,分离效果好。

耐用性考察:分别从不同厂家的硅胶G板、GF₂₅₄板,温度(20, 35, 10℃),相对湿度(35%, 50%, 70%)3个方面考察了紫河车、黄柏、熟地黄、龟甲的TLC法。结果发现,改变上述3个条件,TLC显色效果差异不大,表明TLC鉴别方法耐用性较好。

其他药材TLC考察:参考文献[12-14],对该制剂处方中的牛膝、麦冬、天冬等进行了TLC鉴别,发现牛膝、天冬斑点分离较差,麦冬阴性对照有干扰,有待进一步研究,故最终未纳入本研究。

3.2 含量测定

含量测定指标选择:河车大造胶囊中黄柏含有盐酸小檗碱和盐酸黄柏碱,为其主要成分和特征性成分,还含有盐酸药根碱和盐酸巴马汀,具有抑菌、抗氧化、保护神经等作用^[15],故本研究中原有单一盐酸小檗碱为指标的测定基础上,增加了盐酸黄柏碱、盐酸药根碱和盐酸巴马汀3种成分的含量测定,能更好地评价样品的质量。

色谱条件选择:本研究中分别对乙腈-0.1%磷酸溶液、乙腈-水、乙腈-0.02 mol/L磷酸二氢钾溶液等度洗脱,乙腈-1%磷酸二氢钾溶液梯度洗脱流动相系统进行了比较,综合考虑峰形、分离度、出峰数等因素,选择流动相系统乙腈-1%磷酸二氢钾溶液。

供试品提取溶剂及时间选择:本研究中分别考察了以甲醇、25%甲醇、1%盐酸甲醇、乙腈-0.1%磷酸(36:64, V/V)、水饱和正丁醇为供试品提取溶剂,结果用1%盐酸甲醇的提取效率最高,且供试品主峰峰形较好,分离度及理论板数高。分别考察了用1%盐酸甲醇超声提取20, 30, 40, 50, 60 min,发现超声30 min已基本

提取完全。

耐用性考察:本研究中分别对柱温(25, 30, 35℃),流速(0.8, 1.0, 1.2 mL/min),色谱柱(Agilent 5HC-C₁₈柱、Inertsil ODS-3柱、ShimNex CS C₁₈柱,规格均为250 mm×4.6 mm, 5 μm)等色谱条件进行了考察,结果发现改变上述条件,制剂中盐酸黄柏碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱含量的RSD均小于2.0%。

其他成分含量测定考察:本研究中制剂中其他药材有效成分进行含量测定,如熟地黄中的地黄苷D和牛膝中的β-蜕皮甾酮等,但因其含量低,且与本试验中的色谱条件测定结果相差大,无法检测到,故需进一步研究,以更好地完善河车大造胶囊的质量标准。

3.3 方法评价

本研究中建立的方法便捷准确、重复性好,可为河车大造胶囊的质量控制提供参考。

参考文献

[1] 漆冬梅. 河车大造胶囊治疗肺肾阴虚型稳定期慢性阻塞性肺疾病的临床研究[J]. 中国处方药, 2021, 19(5): 127-128.

[2] 李家飞, 何文彬, 戴伟, 等. 长期口服河车大造胶囊对COPD稳定期患者生活质量、肺功能和免疫功能的影响[J]. 现代医学, 2016, 44(6): 843-846.

[3] WS₃-406(Z-57)-2004(Z), 国家食品药品监督管理局国家药品标准[S].

[4] 吕凤娟. 河车大造胶囊对食管癌患者放疗导致白细胞减低治疗作用的临床观察[J]. 淮海医药, 2014, 32(1): 76-77.

[5] 聂万松. 河车大造片主要成分质量标准研究[J]. 井冈山大学学报(自然科学版), 2014, 35(5): 79-82.

[6] 任海祥, 乔立业, 王银娟, 等. 紫贝胶囊的质量控制研究[J]. 中华中医药学刊, 2017, 35(9): 2245-2248.

[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] 李军鸽, 王永春, 孟珈同, 等. 黄连解毒汤中盐酸小檗碱、黄芩苷、黄柏碱、栀子苷的含量测定[J]. 人参研究, 2021, 33(5): 19-24.

[9] 杨超, 邓曦, 周娟. 肾舒颗粒质量标准研究[J]. 海峡药学, 2021, 33(11): 60-65.

[10] 杨会鲜, 姚路路, 周冰, 等. 苦参功劳颗粒中盐酸小檗碱含量测定研究[J]. 中国兽药杂志, 2020, 54(1): 41-45.

[11] 龙倩倩, 赵小勤, 代琪, 等. 黄柏质量标准示范性研究[J]. 亚太传统医药, 2022, 18(2): 80-85.

[12] 李素梅, 李养学, 肖观林, 等. 三金排石颗粒质量控制研究[J]. 湖南中医杂志, 2021, 37(1): 160-163.

[13] 姜军华, 许研, 罗跃华, 等. 脉络宁颗粒的质量标准提升研究[J]. 中国现代应用药学, 2021, 38(20): 2537-2541.

[14] 孙文. 结核丸质量标准的研究[J]. 黑龙江医药, 2018, 31(4): 734-738.

[15] 王荣. 川黄柏的化学成分及药理活性研究进展[J]. 临床合理用药杂志, 2020, 13(1): 173-174.

(收稿日期: 2022-07-06; 修回日期: 2022-10-28)