

中图分类号: R917; R927 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2023)20-0103-06
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2023.20.023



市售香砂养胃丸质量评价*

仝立卿, 毛颐晴, 曹玉[△]

(南京市食品药品监督检验院, 江苏 南京 211198)

摘要:目的 评价香砂养胃丸(水丸、浓缩丸、大蜜丸)的整体质量。方法 采用超高效液相色谱(UPLC)法, 色谱柱为 Acquity UPLC[®] HSS T3 柱(150 mm × 2.1 mm, 1.8 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液(梯度洗脱), 流速为 0.3 mL/min, 检测波长为 275 nm(0~13 min)、284 nm(13~25 min)、254 nm(25~35 min)、225 nm(35~60 min), 柱温为 30 °C, 进样量为 2 μL。建立 46 家生产企业香砂养胃丸(水丸、浓缩丸、大蜜丸)样品的 UPLC 指纹图谱, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012 版)软件进行相似度评价, 并对市售 55 批样品进行木香掺伪检查。结果 46 家生产企业样品 UPLC 指纹图谱, 水丸和大蜜丸分别确定 23 个共有峰, 浓缩丸确定 21 个共有峰。共指认 11 个成分, 分别为紫丁香苷、维采宁 II、甘草苷、芸香柚皮苷、橙皮苷、甘草酸铵、川陈皮素、和厚朴酚、木香炔内酯、去氢木香内酯、厚朴酚。浓缩丸的相似度与水丸和大蜜丸相比更低, 相似度低于 0.90 的水丸样品占 8.57%, 浓缩丸占 55.56%, 大蜜丸样品占 50.00%。55 批样品均未混用藏木香或土木香; 4 批水丸和 2 批浓缩丸(涉及 6 个厂家)的木香炔内酯与去氢木香内酯峰面积比值低于 0.6, 可能混有川木香。结论 所建立的 UPLC 指纹图谱, 能同时鉴别木香及其易混品, 可用于香砂养胃丸的质量控制。

关键词: 香砂养胃丸; 超高效液相色谱指纹图谱; 相似度; 木香; 质量评价

Quality Evaluation of Commercial Xiangsha Yangwei Pills

TONG Liqing, MAO Yiqing, CAO Yu

(Nanjing Institute for Food and Drug Control, Nanjing, Jiangsu, China 211198)

Abstract: Objective To evaluate the overall quality of Xiangsha Yangwei Pills (water pills, concentrated pills and big honeyed pills). **Methods** The ultra-high-performance liquid chromatography (UPLC) method was adopted, the chromatographic column was Acquity UPLC[®] HSS T3 column (150 mm × 2.1 mm, 1.8 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid aqueous solution (gradient elution), the flow rate was 0.3 mL/min, the detection wavelengths were 275 nm (0-13 min), 284 nm (13-25 min), 254 nm (25-35 min), 225 nm (35-60 min), the column temperature was 30 °C, and the injection volume was 2 μL. The UPLC fingerprint of Xiangsha Yangwei Pills (water pills, concentrated pills and big honeyed pills) from 46 manufacturing enterprises was established, the Similarity Evaluation System of Chromatographic Fingerprint of Traditional Chinese Medicine (2012 Version) software was used for similarity evaluation, and the adulteration inspection of Aucklandiae Radix was conducted in 55 batches of commercial samples. **Results** In the UPLC fingerprint of samples from 46 manufacturing enterprises, 23 common peaks were marked for water pills and big honeyed pills respectively, while 21 common peaks were marked for concentrated pills. A total of 11

*基金项目: 江苏省市场监督管理局科技计划项目[KJ21125102]。

第一作者: 仝立卿, 女, 大学本科, 副主任药师, 研究方向为药物分析与质量标准, (电子信箱)408851149@qq.com。

[△]通信作者: 曹玉, 男, 硕士, 副主任中药师, 研究方向为药物分析与质量标准, (电子信箱)23580305@qq.com。

Pharmaceutical Packaging Materials [J]. J Pharm Sci, 2020, 109(7):2180-2188.

[5] JENKE D. Extractables Screening of Polypropylene Resins Used in Pharmaceutical Packaging for Safety Hazards [J]. PDA J Pharm Sci Technol, 2017, 71(5):346-367.

[6] 于志彬, 孙兰芳. 塑料包装对药品质量和安全性能的影响及解决措施[J]. 包装学报, 2013, 5(3):74-77.

[7] JOHNSON W, BERGFELD WF, BELSITO DV, et al. Safety assessment of pentaerythrityl tetra-di-t-butyl hydroxyhydrocinnamate as used in cosmetics [J]. Int J Toxicol, 2018, 37: 80S-89S.

[8] LI K, ROGERS G, NASHED-SAMUEL Y, et al. Creating a holistic extractables and leachables (E&L) program for biotechnology products [J]. PDA J Pharm Sci and Tech, 2015, 69(5):590-619.

[9] 熊微, 丁冠军, 汪秋兰, 等. 更昔洛韦氯化钠注射液与聚丙烯输液瓶的相容性评价[J]. 中国现代应用药学, 2018, 35(8):1166-1172.

[10] 荆国元. 黄芪氯化钠注射液和聚丙烯输液瓶相容性研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨商业大学, 2020.

[11] 张芦燕, 王曼泽, 王翔宇, 等. 聚丙烯瓶装氯化钠注射液中抗氧化剂迁移量的测定[J]. 西北药学杂志, 2013, 28(6):583-587.

[12] 刘柏龙, 马尚贤, 贺军权, 等. 塑料输液瓶中金属元素的测定及向药物迁移的考查[J]. 甘肃医药, 2019, 38(8):732-734.

[13] 喻亮宇, 邓勇亮, 黄海萍. 聚丙烯输液瓶中抗氧化剂含量及迁移量的测定研究[J]. 海峡药学, 2020, 32(1):68-71.

[14] 郑景峰, 徐燕慧, 陈芳, 等. ICP-MS 测定聚丙烯输液瓶中 6 种金属元素的含量[J]. 海峡药学, 2014, 26(11):92-94.

(收稿日期: 2023-03-09; 修回日期: 2023-04-21)

components were identified, including syringin, vicenin II, liquiritin, narirutin, hesperidin, glycyrrhizic acid ammonium salt, nobiletin, honokiol, costunolide, dehydrocostus lactone and magnolol. The similarity of concentrated pills was lower than that of water pills and big honeyed pills. The proportions of water pills, concentrated pills and big honeyed pills with the similarity lower than 0.90 were 8.57%, 55.56% and 50.00% respectively. No *Inula racemosa* or *Inulae Radix* was mixed in the 55 batches of samples. The peak-area ratio of costunolide to dehydrocostus lactone in four batches of water pills and two batches of concentrated pills (involving six enterprises) was lower than 0.6, indicating that *Vladimiria Radix* might be mixed in these samples. **Conclusion** The established UPLC fingerprint can simultaneously identify *Aucklandia Radix* and its adulterants, which can be used for the quality control of Xiangsha Yangwei Pills.

Key words: Xiangsha Yangwei Pills; UPLC fingerprint; similarity; *Aucklandia Radix*; quality evaluation

香砂养胃丸为《国家基本药物目录》(2012年版)收录的甲类药品,由木香、砂仁、陈皮、枳实(炒)、厚朴、香附等14味药材组方,具有温中和胃功效,临床用于治疗胃阳不足、湿阻气滞所致胃痛^[1]。香砂养胃丸包括水丸、浓缩丸、大蜜丸3种剂型,现行质量标准仅考察了陈皮、枳实和厚朴指标成分的含量,未涉及君药木香,故无法防控木香伪品风险。指纹图谱技术可实现对中药内在化学成分的综合评价和对整体质量的全面控制^[2-8]。目前,仅见香砂养胃丸浓缩丸的水提液和不同极性部位的高效液相色谱指纹图谱研究^[9-10],以及水丸的特征图谱研究^[11]。本研究中建立了香砂养胃丸3种剂型的超高效液相色谱(UPLC)指纹图谱,并对55批市售香砂养胃丸进行相似度评价,同时检测样品中是否混用川木香、土木香和藏木香,旨在为全面控制及评价香砂养胃丸的质量提供参考。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Waters Acquity H-Class型超高效液相色谱仪(美国Waters公司);XPE26型、XSE205型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度为0.01 mg);KQ-250型超声仪(昆山市超声仪器有限公司);DQ5型超纯水仪(美国Millipore公司)。

1.2 试剂

市售香砂养胃丸55批,其中水丸样品35批(生产企业代号S1-S35),浓缩丸样品18批(生产企业代号S17、S36-S46,其中S38-S40企业、S44-S46企业各有2批),大蜜丸样品2批(生产企业代号S26、S33)。木香药材和饮片23批(1号-23号),川木香药材和饮片4批(1号-4号);紫丁香苷对照品(批号为111574-202106,含量94.3%)、柚皮苷对照品(批号为110722-202116,含量93.5%)、新橙皮苷对照品(批号为111857-201804,含量99.4%)、甘草苷对照品(批号为111610-201908,含量95.0%)、甘草酸铵对照品(批号为110731-202021,含量96.2%)、厚朴酚对照品(批号为110729-202015,含量99.0%)、和厚朴酚对照品(批号为110730-201915,含量99.8%)、木香烃内酯对照品(批号为

111524-201911,含量99.9%)、去氢木香内酯对照品(批号为111525-201912,含量99.5%)、橙皮苷对照品(批号为110721-202019,含量95.3%)、川陈皮素对照品(批号为112055-202102,含量99.7%)、土木香内酯对照品(批号为110760-201811,含量99.4%)、异土木香内酯对照品(批号为110761-201806,含量97.4%),木香对照药材(批号为120921-202010)、砂仁对照药材(批号为120985-201406)、枳实对照药材(批号为120936-201606)、陈皮对照药材(批号为120969-202011)、甘草对照药材(批号为120969-202011)、半夏对照药材(批号为121272-201806)、广藿香对照药材(批号为121135-202107)、白术对照药材(批号为120925-202013)、香附对照药材(批号为121059-201808)、厚朴对照药材(批号为121285-201303)、川木香对照药材(批号为121091-201104)、藏木香对照药材(批号为121630-201001)、土木香对照药材(批号为121090-201803),均购自中国食品药品检定研究院。维采宁II对照品(天津阿尔塔科技有限公司,批号为FS1601540,含量99.4%);芸香柚皮苷对照品(上海诗丹德标准技术服务有限公司,批号为10285,含量98.7%)。甲醇、乙腈、磷酸均为色谱纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 指纹图谱建立

2.1.1 色谱条件

色谱柱:Acquity UPLC[®] HSS T3柱(150 mm × 2.1 mm, 1.8 μm);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0~8.5 min时5%A→20%A, 8.5~12 min时20%A, 12~22 min时20%A→30%A, 22~30 min时30%A→47%A, 30~40 min时47%A→50%A, 40~50 min时50%A→70%A, 50~53 min时70%A, 53~60 min时70%A→90%A);流速:0.3 mL/min;检测波长:275 nm(0~13 min), 284 nm(13~25 min), 254 nm(25~35 min), 225 nm(35~60 min);柱温:30℃;进样量:2 μL。

2.1.2 溶液制备

取紫丁香苷、维采宁II、柚皮苷、新橙皮苷、芸香柚

皮苷、橙皮苷、甘草苷、甘草酸铵、厚朴酚、和厚朴酚、木香烃内酯、去氢木香内酯、川陈皮素对照品各适量,加甲醇制成质量浓度分别为20.78, 27.79, 28.50, 37.91, 26.90, 97.45, 28.09, 31.15, 100.40, 69.75, 42.14, 62.88, 41.29 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合对照品溶液。取浓缩丸、水丸样品(研细)、大蜜丸样品(剪碎)各2.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25 mL,称定质量,超声(功率250 W,频率40 kHz)处理30 min,放冷,再次称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,经0.22 μm 滤膜滤过,取续滤液,即得供试品溶液。取木香、砂仁、枳实、陈皮、甘草、半夏、广藿香、白术、香附、厚朴对照药材各0.5 g,精密称定,按供试品溶液制备方法制备单一对照药材溶液。

2.1.3 方法学考察

精密度试验:取水丸样品(批号为20220101)适量,按2.1.2项下方法制备供试品溶液,按2.1.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。以9号色谱峰(橙皮苷)为参照峰,结果各色谱峰相对峰面积的RSD均小于3.50% ($n=6$),表明方法精密度良好。

稳定性试验:取供试品(批号为20220101)溶液适量,室温下分别于0, 2, 4, 8, 16, 24 h时按2.1.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以9号色谱峰(橙皮苷)为参照峰,结果各色谱峰相对峰面积的RSD均小于3.50% ($n=6$),表明供试品溶液在室温下放置24 h内基本稳定。

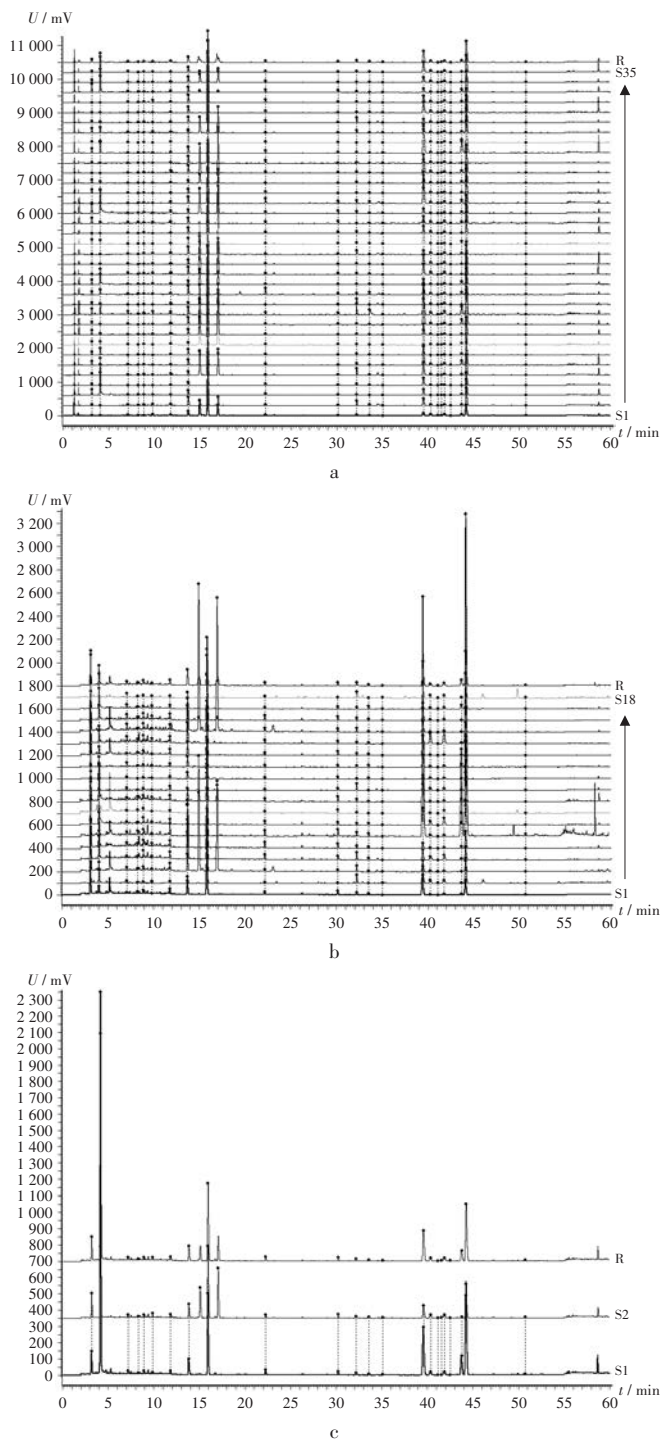
重复性试验:取水丸样品(批号为20220101)和浓缩丸样品(批号为210616)各适量,各6份,按2.1.2项下方法制备供试品溶液,按2.1.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以9号色谱峰(橙皮苷)为参照峰,结果各色谱峰相对峰面积的RSD均小于3.50% ($n=6$),表明方法重复性良好。

2.1.4 指纹图谱建立

取水丸、大蜜丸、浓缩丸样品各适量,按2.1.2项下方法制备供试品溶液,按2.1.1项下色谱条件进样测定。将色谱图导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)软件,时间窗宽度设为0.10 min,按平均数法,经多点校正后自动匹配,分别生成UPLC叠加指纹图谱及对照指纹图谱。详见图1和图2(其中浓缩丸由于工艺不同,18号、20号峰缺失;X、Y色谱峰分别为柚皮苷峰和新橙皮苷峰)。结果水丸和大蜜丸各确定23个共有峰,浓缩丸确定21个共有峰。

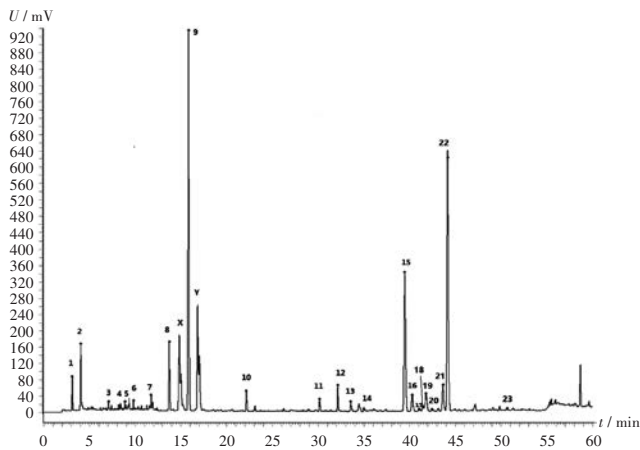
2.1.5 共有峰指认、归属及参照峰选择

取2.1.2项下混合对照品溶液和单一对照药材溶液各适量,按2.1.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图(见图3和图4)。根据对照品溶液色谱峰的保留时间,

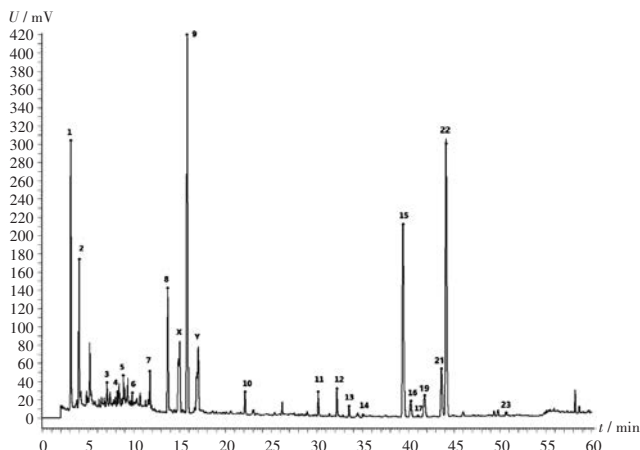


a. 水丸 b. 浓缩丸 c. 大蜜丸
图1 各企业香砂养胃丸超高效液相色谱叠加指纹图谱
a. Water pills b. Concentrated pills c. Big honeyed pills
Fig.1 UPLC superimposed fingerprint of Xiangsha Yangwei Pills from various enterprises

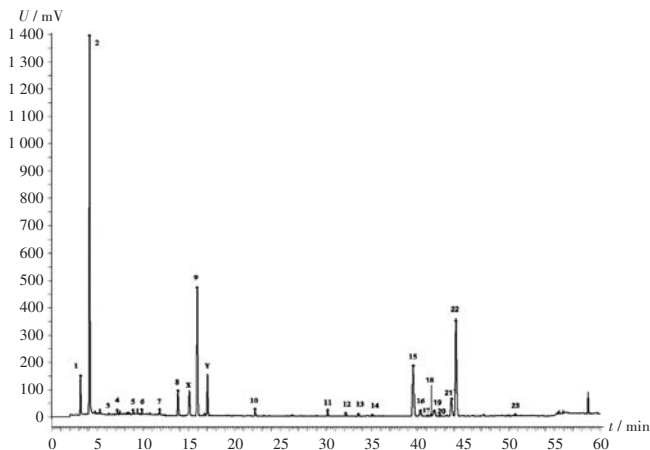
共指认11个成分,分别为紫丁香苷(峰3)、维采宁II(峰5)、甘草苷(峰7)、芸香柚皮苷(峰8)、橙皮苷(峰9)、甘草酸铵(峰11)、川陈皮素(峰12)、和厚朴酚(峰15)、木香烃内酯(峰16)、去氢木香内酯(峰19)、厚朴酚(峰22)。将样品对照指纹图谱与对照药材色谱图对比,水丸、大蜜丸均归属12个共有峰,浓缩丸归属10个共有峰。1号、



a



b



c

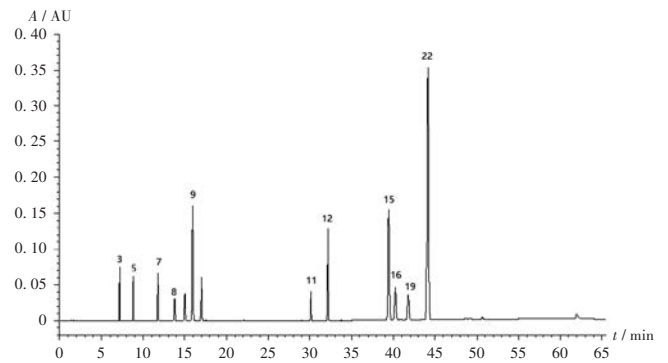
a. 水丸 b. 浓缩丸 c. 大蜜丸

图2 香砂养胃丸超高效液相色谱对照指纹图谱

a. Water pills b. Concentrated pills c. Big honeyed pills

Fig. 2 UPLC reference fingerprint of Xiangsha Yangwei Pills

2号峰同时归属陈皮和枳实, 10号峰归属陈皮; 4号峰归属砂仁; 21号峰归属厚朴; 17号峰归属白术; 23号峰归属半夏, 6号、13号、14号、18号峰归属广藿香, 20号峰归属香附。其中9号峰橙皮苷为陈皮、枳实的指标性成分, 该峰保留时间适中、吸收强、分离度好, 故作为参照峰。

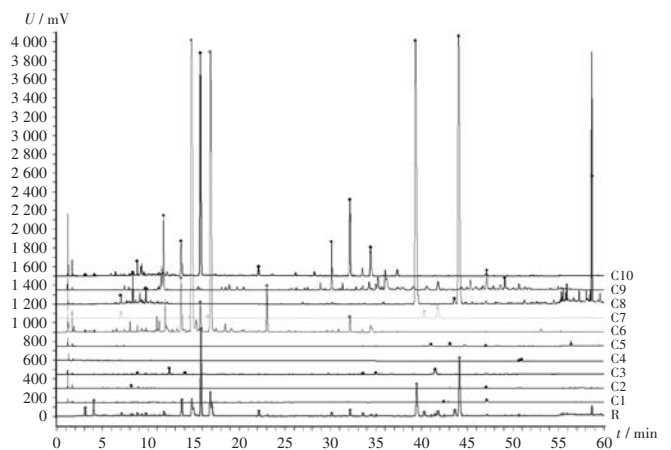


3. 紫丁香苷 5. 维采宁II 7. 甘草苷 8. 芸香柚皮苷 9. 橙皮苷
11. 甘草酸铵 12. 川陈皮素 15. 和厚朴酚 16. 木香炔内酯
19. 去氢木香内酯 22. 厚朴酚

图3 混合对照品溶液超高效液相色谱图

3. Syringin 5. Vicenin II 7. Liquiritin 8. Narirutin 9. Hesperidin
11. Glycyrrhizic acid ammonium salt 12. Nobiletin 15. Honokiol
16. Costunolide 19. Dehydrocostus lactone 22. Magnolol

Fig. 3 UPLC chromatograms of mixed reference solution



C1. 香附 C2. 砂仁 C3. 广藿香 C4. 半夏 C5. 白术
C6. 枳实(炒) C7. 木香 C8. 厚朴 C9. 甘草 C10. 陈皮

图4 对照药材溶液超高效液相色谱图

C1. Cyperi Rhizoma C2. Amomi Fructus C3. Pogostemonis Herba
C4. Pinelliae Rhizoma C5. Atractylodis Macrocephalae Rhizoma
C6. Stir-fried Aurantii Fructus Immaturus C7. Aucklandiae Radix
C8. Magnoliae Officinalis Cortex C9. Glycyrrhizae Radix et Rhizoma
C10. Citri Reticulatae Pericarpium

Fig. 4 UPLC chromatograms of reference medicinal solution

2. 1. 6 相似度评价

取35批水丸样品、18批浓缩丸样品、2批大蜜丸样品各适量, 精密称定, 按2. 1. 2项下方法制备供试品溶液, 按2. 1. 1项下色谱条件进样测定, 得UPLC色谱, 将数据导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)软件, 结果见表1, 提示不同生产企业和不同批间样品的质量可能存在差异。浓缩丸的相似度与水丸和大蜜丸相比更低, 相似度低于0. 90的水丸样品占8. 57%, 浓缩丸样品占55. 56%, 大蜜丸样品占50. 00%。

表1 样品相似度评价及峰面积比值测定结果

Tab. 1 Results of sample similarity evaluation and peak - area ratio measurement

剂型	生产企业	批号	相似度	峰面积比值	剂型	生产企业	批号	相似度	峰面积比值	剂型	生产企业	批号	相似度	峰面积比值
水丸	S1	2009403	0.949	1.31	浓缩丸	S20	210601	0.960	0.52	大蜜丸	S38	2004057	0.886	0.66
	S2	2106020	0.938	0.90		S21	1200277	0.985	0.98		S38	2109017	0.905	0.56
	S3	20210402	0.993	0.81		S22	220104	0.986	1.08		S39	202104195	0.939	0.60
	S4	210037	0.978	1.21		S23	20220302	0.965	1.14		S39	202203062	0.860	0.84
	S5	25210301	0.967	0.78		S24	260005	0.975	1.25		S40	210756	0.859	0.84
	S6	20211005	0.987	0.38		S25	121010	0.879	1.18		S40	211091	0.788	0.99
	S7	210404	0.944	0.82		S26	B21170	0.978	0.91		S41	20200906	0.976	0.75
	S8	WJ21126	0.992	1.17		S27	2111076	0.955	1.15		S42	200602	0.794	0.89
	S9	12103042	0.904	0.99		S28	2203001	0.962	0.95		S43	2109014	0.975	0.60
	S10	21030101	0.958	0.71		S29	220305	0.934	1.23		S44	210704	0.973	0.86
	S11	210801	0.978	0.86		S30	220305	0.979	1.34		S44	220405	0.968	0.82
	S12	22011045	0.964	0.91		S31	821613	0.917	1.13		S45	2105182	0.880	0.80
	S13	473021	0.928	0.47		S32	2202003	0.874	0.73		S45	2110052	0.858	0.84
	S14	20220101	0.991	1.28		S33	20220224	0.915	1.23		S46	201013	0.939	0.72
	S15	220201	0.983	1.02		S34	20220405	0.995	1.18		S46	210616	0.845	0.57
	S16	F22019	0.929	0.84		S35	220101	0.942	1.06		S26	A21214	0.992	0.86
	S17	211119	0.837	0.11		S36	20220316	0.952	0.62		S33	20220510	0.884	1.21
	S18	21030111	0.943	1.43		S17	21041902	0.796	0.15					
	S19	21061121	0.986	0.70		S37	220205	0.802	0.71					

2.2 木香掺伪检查

2.2.1 溶液制备

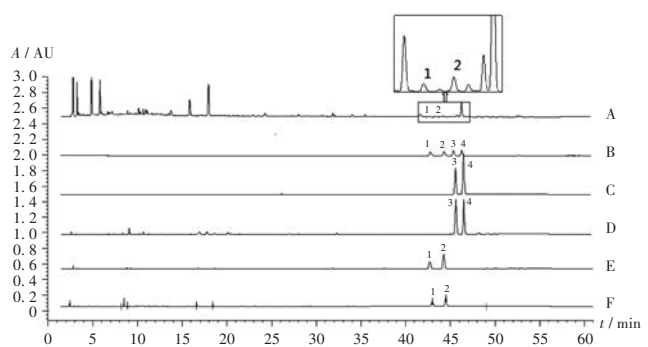
分别取木香羟内酯、去氢木香内酯、土木香内酯和异土木香内酯对照品各适量,加甲醇制成各成分质量浓度均为 50 μg/mL 的混合对照品溶液。取木香、川木香、土木香和藏木香对照药材各 0.5 g,精密称定,按 2.1.2 项下方法制备单一对照药材溶液。取 55 批样品,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液。取 23 批木香药材和饮片及 4 批川木香药材和饮片各 1 g,精密称定,按 2.1.2 项下方法制备单一药材溶液。

2.2.2 方法与结果

取上述溶液各适量,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录色谱图。详见图 5。计算木香羟内酯与去氢木香内酯的峰面积比值,结果见表 1 和表 2。

不同木香药材样品比较:木香与川木香药材均检出木香羟内酯、去氢木香内酯,土木香与藏木香药材均检出土木香内酯、异土木香内酯。55 批样品中均未检出土木香内酯与异土木香内酯,提示未混用藏木香或土木香。

木香与川木香药材区分:木香药材、饮片(1号-23号)的平均峰面积比值为 1.12;川木香药材、饮片(1号-4号)的平均值为 0.49,均与对照药材接近。水丸、大蜜丸和浓缩丸的平均峰面积比值分别为 0.96, 1.04, 0.71。初步确定峰面积比值 < 0.6 的为川木香, ≥ 0.6 的木香。结果 4 批水丸和 2 批浓缩丸(涉及 6 个厂家)木香



1. 木香羟内酯 2. 去氢木香内酯 3. 异土木香内酯 4. 土木香内酯
A. 供试品溶液(样品批号 210616) B. 混合对照品溶液
C - F. 对照药材溶液(分别为藏木香、土木香、木香、川木香)

图 5 木香掺伪检查超高效液相色谱图

1. Costunolide 2. Dehydrocostus lactone 3. Isoalantolactone
4. Alantolactone

A. Test solution (sample batch number: 210616) B. Mixed reference solution C - F. Reference medicinal solution (*Inula racemosa*, *Inulae Radix*, *Aucklandiae Radix*, *Vladimiriae Radix*, respectively)

Fig. 5 UPLC chromatograms of adulteration inspection of *Aucklandiae Radix*

羟内酯与去氢木香内酯的峰面积比值 < 0.6, 可能混有川木香。

3 讨论

预试验中流动相考察了乙腈 - 0.1% 磷酸水溶液、乙腈 - 水和乙腈 - 0.1% 甲酸水溶液, 根据分离效果和色谱峰峰形, 最终采用乙腈 - 0.1% 磷酸水溶液(梯度

表2 川木香与木香峰面积比值

Tab. 2 Peak - area ratio of costunolide to dehydrocostus lactone in *Vladimiriae Radix* and *Aucklandiae Radix*

样品	来源	备注	峰面积比值	样品	来源	备注	峰面积比值
川木香对照药材	中国食品药品检定研究院	粉末	0.33	木香9号	企业S1	饮片	1.04
木香对照药材	中国食品药品检定研究院	粉末	0.87	木香10号	企业S4	药材	0.86
川木香1号	四川省阿坝藏族羌族自治州	药材	0.69	木香11号	企业S7	药材	1.24
川木香2号	南京鹤龄药事服务有限公司	饮片	0.37	木香12号	企业S9	药材	1.24
川木香3号	四川弘一中药有限公司	饮片	0.49	木香13号	企业S11	药材	0.99
川木香4号	四川省阿坝藏族羌族自治州	饮片	0.41	木香14号	企业S12	药材	0.96
木香1号	南京鹤龄药事服务有限公司	饮片	1.00	木香15号	企业S16	药材	1.35
木香2号	南京鹤龄药事服务有限公司	药材	0.89	木香16号	企业S17	药材	0.92
木香3号	云南	药材	1.55	木香17号	企业S18	药材	1.30
木香4号	安徽亳州	药材	1.13	木香18号	企业S23	药材	0.89
木香5号	安徽亳州	饮片	1.01	木香19号	企业S32	药材	1.20
木香6号	安徽亳州	饮片	1.08	木香20号	企业S33	药材	1.24
木香7号	国药集团冯了性(佛山)药业有限公司	饮片	1.12	木香21号	企业S34	药材	1.71
木香8号	内蒙古天奇中蒙制药股份有限公司	饮片	1.17	木香22号	企业S38	药材	1.11
				木香23号	企业S39	药材	0.87

洗脱);根据二极管阵列检测器在190~400 nm波长内的扫描结果,在不同时间段进行275,284,254,225 nm波长的切换,检测到的色谱峰最多,且基线稳定;考察了样品前处理的提取溶剂50%甲醇、70%甲醇、甲醇,并比较超声提取和加热回流提取的提取效果,结果以甲醇超声提取30 min时各组分的提取效率较高。

2020年版《中国药典》中枳实为芸香科植物酸橙及其栽培变种或甜橙的干燥幼果,以酸橙投料的制剂样品中能检出橙皮苷、柚皮苷和新橙皮苷,以甜橙投料的制剂样品仅检出橙皮苷,故柚皮苷和新橙皮苷未列入对照指纹图谱共有峰。

香砂养胃丸中水丸、大蜜丸均为全原粉入药,制剂工艺简单;浓缩丸工艺复杂,木香等7种药材提取挥发油成分后再混合入药,提取与混匀过程中可能造成挥发性成分含量降低,影响其与对照指纹图谱的一致性。本研究中建立的UPLC指纹图谱,可同时检测制剂中是否混用土木香和藏木香,且在木香与川木香鉴别中,初步拟定峰面积比值低于0.6的为川木香;但由于药材和饮片的新鲜程度、存储时间、制备工艺等会影响木香炔内酯和去氢木香内酯的含量^[12-13],故不能完全排除样品中川木香和木香混用的可能。本研究结果显示,生产厂家S17的1批次水丸和1批次浓缩丸样品的相似度均低于0.850,峰面积比值与该厂家提供的木香16号药材测得峰面积的比值相差较大。故该厂家的香砂养胃丸实际投料用的原料木香可能存在质量问题或投料量不足,其制备工艺也可能存在缺陷。

综上所述,本研究中建立的方法能同时鉴定香砂养胃丸中木香及其易混品,从而可对制剂质量进行快速评价。

参考文献

- [1] 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: 1205 - 1207.
- [2] 刘东方, 赵丽娜, 李银峰, 等. 中药指纹图谱技术的研究进展及应用[J]. 中草药, 2016, 47(22): 4085 - 4094.
- [3] 于凤蕊, 林永强, 林林, 等. 基于指纹图谱的女金丹质量一致性评价[J]. 药学研究, 2019, 38(5): 266 - 269.
- [4] 林林, 于凤蕊, 徐丽华, 等. 女金丹 HPLC 指纹图谱建立及聚类分析和主成分分析[J]. 中国药房, 2019, 30(10): 1339 - 1343.
- [5] 苟桦梅, 张毅, 吴燕红, 等. 基于 HPLC 指纹图谱及双标多测法的四妙丸质量评价研究[J]. 药物分析杂志, 2022, 42(5): 866 - 874.
- [6] 李澍才, 王颖. 杞菊地黄丸 HPLC 指纹图谱的建立及特征峰的归属分析[J]. 中国现代应用药学, 2021, 38(18): 2222 - 2226.
- [7] 陈荣, 张华峰, 王亚琼, 等. 大黄廬虫丸 UPLC 指纹图谱及化学模式识别研究[J]. 上海中医药杂志, 2022, 56(2): 75 - 80.
- [8] 喻何云, 任琦, 丁银平, 等. 壮腰健身丸 UPLC 指纹图谱及化学模式识别[J]. 药品评价, 2021, 18(23): 1424 - 1428.
- [9] 杨春静, 雷敬卫, 王艳慧, 等. 香砂养胃丸(浓缩丸)水提取过程质量分析研究[J]. 中医学报, 2018, 33(4): 624 - 630.
- [10] 王艳慧, 周琳琳, 雷敬卫, 等. 香砂养胃丸(浓缩丸)不同极性部位 HPLC 指纹图谱研究[J]. 药物分析杂志, 2017, 37(11): 1937 - 1948.
- [11] 程雅婷, 王晓云, 王学涛, 等. 香砂养胃丸(水丸)的特征图谱研究[J]. 食品与药品, 2019, 21(4): 273 - 278.
- [12] 杨天梅, 李纪潮, 杨美权, 等. 不同产地初加工方法对云木香品质的影响[J]. 中成药, 2022, 44(6): 2056 - 2058.
- [13] 李晓花, 马小军, 张忠廉, 等. 不同干燥条件下云木香中木香炔内酯和去氢木香内酯含量的高效液相色谱法测定[J]. 时珍国医国药, 2016, 27(3): 594 - 595.

(收稿日期: 2023 - 02 - 20; 修回日期: 2023 - 05 - 30)