

中图分类号: R932; R284.1; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2023)21-0103-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2023.21.023



复方白头翁灌肠液质量标准研究*

陈平, 罗晓梅, 曾于桦, 杨强, 张亚峰, 张鹏[△]

(四川省遂宁市中心医院, 四川 遂宁 629000)

摘要:目的 建立复方白头翁灌肠液的质量标准。方法 采用薄层色谱法对方中白头翁、黄连、黄柏、木香等中药材进行定性鉴别;采用高效液相色谱法测定白头翁皂苷 B₄ 和盐酸小檗碱的含量, 色谱柱为 Inertsustain C₁₈ 键合硅胶柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相分别为乙腈-0.1% 磷酸溶液(30:70, V/V, 白头翁皂苷 B₄) 和乙腈-0.1% 磷酸溶液(50:50, V/V, 盐酸小檗碱), 检测波长分别为 205 nm (白头翁皂苷 B₄) 和 254 nm (盐酸小檗碱), 柱温分别为 35 °C (白头翁皂苷 B₄) 和 40 °C (盐酸小檗碱), 流速为 1.0 mL/min, 进样量为 15 μL。结果 薄层色谱图中, 白头翁、黄连、黄柏、木香的特征斑点均显色清晰, 且阴性对照无干扰。白头翁皂苷 B₄、盐酸小檗碱的质量浓度分别在 91.00~910.00 μg/mL ($R^2 = 0.9994, n = 6$) 和 31.00~310.00 μg/mL ($R^2 = 0.9995, n = 6$) 范围内与峰面积线性关系良好; 平均加样回收率分别为 100.90% 和 98.93%, RSD 分别为 0.97% 和 1.09% ($n = 9$); 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 2.0%。每 1 mL 复方白头翁灌肠液中分别含白头翁皂苷 B₄ 0.288 mg、盐酸小檗碱 0.076 21 mg。结论 所建立的方法操作简便、结果准确可靠, 可用于复方白头翁灌肠液的质量控制。

关键词: 复方白头翁灌肠液; 白头翁皂苷 B₄; 盐酸小檗碱; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 质量标准

Quality Standard of Compound Baitouweng Enema Liquid

CHEN Ping, LUO Xiaomei, ZENG Yuhua, YANG Qiang, ZHANG Yafeng, ZHANG Peng

(Suining Central Hospital, Suining, Sichuan, China 629000)

Abstract: Objective To establish a quality standard for Compound Baitouweng Enema Liquid. **Methods** Thin-layer chromatography (TLC) method was used for the qualitative identification of Pulsatillae Radix, Coptidis Rhizoma, Phellodendri Chinensis Cortex and Aucklandiae Radix in the prescription. High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used for the content determination of pulchinenoside B₄ and berberine hydrochloride, the chromatographic column was Inertsustain C₁₈ bonded silica gel column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phases were acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (30:70, V/V, pulchinenoside B₄) and acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (50:50, V/V, berberine hydrochloride), the detection wavelengths were 205 nm (pulchinenoside B₄) and 254 nm (berberine hydrochloride), the column temperatures were 35 °C (pulchinenoside B₄) and 40 °C (berberine hydrochloride), the flow rate was 1.0 mL/min, and the injection volume was 15 μL.

Results The TLC spots of Pulsatillae Radix, Coptidis Rhizoma, Phellodendri Chinensis Cortex and Aucklandiae Radix were clear without any interference from the negative references. The linear ranges of pulchinenoside B₄ and berberine hydrochloride were 91.00-910.00 μg/mL ($R^2 = 0.9994, n = 6$) and 31.00-310.00 μg/mL ($R^2 = 0.9995, n = 6$), respectively. The average recoveries of pulchinenoside B₄ and berberine hydrochloride were 100.90% and 98.93%, with RSDs of 0.97% and 1.09% ($n = 9$), respectively. The RSDs of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 2.0%. Each 1 mL of Compound Baitouweng Enema Liquid contained 0.288 mg of pulchinenoside B₄ and 0.076 21 mg of berberine hydrochloride. **Conclusion** The established method is simple, accurate and reliable, which can be used for the quality control of Compound Baitouweng Enema Liquid.

Key words: Compound Baitouweng Enema Liquid; pulchinenoside B₄; berberine hydrochloride; TLC; HPLC; quality standard

复方白头翁灌肠液主要由白头翁、黄柏、黄连、地榆、蒲公英、苦地丁等组方, 具有清热燥湿、解毒消痈、凉血止痢等功效^[1], 主要用于治疗溃疡性结肠炎。方中, 白头翁为君药, 具有清热解毒、凉血止痢功效; 黄连清热泻火、燥湿厚肠, 黄柏擅清下焦湿热, 共为臣药, 助白头翁清热解毒、燥湿治痢功效^[2]。白头翁皂苷 B₄ 是白头翁的主要成分, 具有抗炎、抗病毒、免疫调节等药理学

作用^[3]; 小檗碱为黄连、黄柏共有成分, 对革兰阴性菌、革兰阳性菌、流感病毒等均有抑制作用^[4-5]。目前, 尚缺乏复方白头翁灌肠液的检测标准, 为加强其质量控制, 本研究中采用薄层色谱(TLC)法对方中白头翁、黄连、黄柏、木香等中药材进行定性鉴别, 采用高效液相色谱(HPLC)法测定复方白头翁灌肠液中白头翁皂苷 B₄ 和盐酸小檗碱的含量。现报道如下。

* 基金项目: 四川省中医药管理局科学技术研究专项课题[2020CP0027, 2021MS209]。

第一作者: 陈平, 女, 硕士研究生, 主管药师, 研究方向为天然药物化学与临床药学, (电子信箱)1213067656@qq.com。

[△]通信作者: 张鹏, 男, 硕士研究生, 主任药师, 研究方向为医院药学与临床药学, (电子信箱)463121551@qq.com。

1 仪器与试药

1.1 仪器

LC-20A型高效液相色谱仪(日本Shimadzu公司); XS-205型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度为十万分之一); KQ-250DE型超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司,功率为250 W,频率为40 kHz); HWS28型恒温水浴锅(上海一恒科技有限公司)。

1.2 试药

白头翁皂苷 B_4 对照品(批号为RFS-B02901907022), 盐酸小檗碱对照品(批号为RFS-Y03511811015), 盐酸黄柏碱对照品(批号为RDD-Y08602108016), 去氢木香内酯对照品(批号为RFS-Q01601906013), 纯度均大于98%, 均购自瑞芬思生物有限公司; 白头翁对照药材(批号为121615-201603), 黄连对照药材(批号为121752-201801), 黄柏对照药材(批号为121510-201807), 木香对照药材(批号为120921-202010), 均购自中国食品药品检定研究院; 复方白头翁灌肠液(医院自制, 批号分别为20211101, 20211103, 20211109); 甲醇、乙腈均为色谱纯, 其他试剂均为分析纯, 水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 TLC鉴别

白头翁^[6-7]: 取样品(批号为20211109)10 mL, 加正丁醇萃取2次, 每次20 mL, 合并有机层, 蒸干, 加5 mL 甲醇超声使溶解, 即得供试品溶液。取白头翁皂苷 B_4 对照品0.0075 g, 精密称定, 加甲醇定容至25 mL, 制成质量浓度为0.3 mg/mL的对照品溶液。取白头翁对照药材1.056 g, 加甲醇10 mL, 超声0.5 h, 滤过, 取滤液, 即得对照药材溶液。按处方工艺制备缺白头翁的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验, 分别吸取上述溶液各4 μ L, 点于同一硅胶G薄层板上, 以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:2, V/V/V)为展开剂, 室

温下展开, 取出, 晾干, 喷以10%硫酸乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰, 冷却, 日光下检视。供试品溶液、白头翁皂苷 B_4 对照品溶液、白头翁对照药材溶液在薄层板上相应位置显相同颜色的斑点, 斑点比移值较好, 且阴性对照无干扰。详见图1 A。

黄连^[8-9]: 取样品(批号为20211109)10 mL, 加热蒸发至稠膏状, 加甲醇10 mL, 超声0.5 h, 滤过, 取滤液, 即得供试品溶液。取盐酸小檗碱对照品0.0063 g, 精密称定, 加甲醇定容至25 mL, 制成质量浓度为0.252 mg/L的对照品溶液。取黄连对照药材0.1031 g, 加甲醇10 mL, 超声0.5 h, 滤过, 取滤液, 即得对照药材溶液。按处方工艺制备缺黄连、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。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验, 分别吸取上述溶液各4 μ L, 点于同一硅胶G薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液(12:6:3:3:1, V/V/V/V/V)为展开剂, 置浓氨试液预饱和10 min的展开缸内室温下展开, 取出, 晾干, 于紫外光灯(365 nm)下检视。供试品溶液、盐酸小檗碱对照品溶液、黄连对照药材溶液在薄层板上相应位置显相同颜色的斑点, 斑点比移值较好, 且阴性对照无干扰。详见图1 B。

黄柏^[10-11]: 取样品(批号为20211109)10 mL, 加热蒸发至稠膏状, 加1%醋酸甲醇10 mL, 60 $^{\circ}$ C超声0.5 h, 滤过, 取滤液, 即得供试品溶液。取盐酸黄柏碱对照品0.0127 g, 精密称定, 加甲醇定容至25 mL, 制成质量浓度为5.080 mg/L的对照品溶液。取黄柏对照药材0.1045 g, 加1%醋酸甲醇10 mL, 超声0.5 h, 滤过, 取滤液, 即得对照药材溶液。按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阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验, 分别吸取上述溶液各4 μ L, 点于同一硅胶G薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-水(30:15:2, V/V/V)下层有机溶液为展开剂, 置浓氨试液饱和的展开缸内常温展

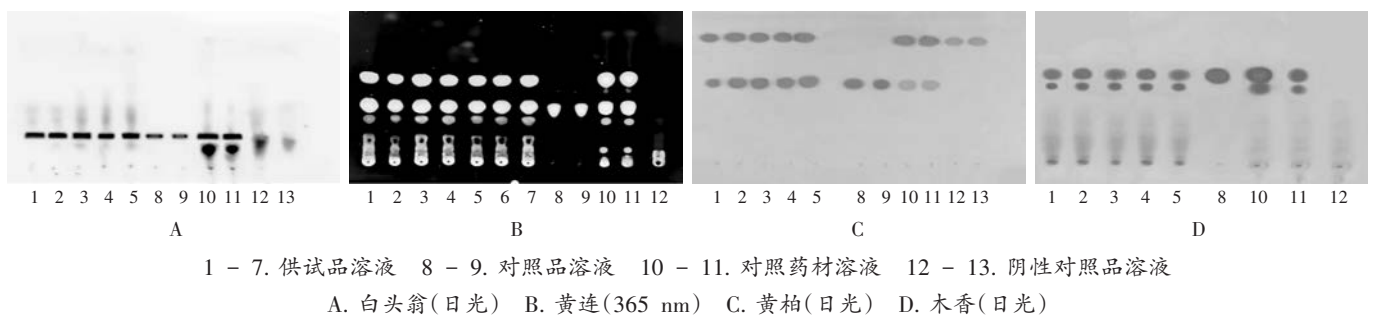


图1 薄层色谱图

1 - 7. Test solution 8 - 9. Reference solution 10 - 11. Reference medicinal material solution 12 - 13. Negative reference solution

A. Pulsatillae Radix (sunlight) B. Coptidis Rhizoma (365 nm) C. Phellodendri Chinensis Cortex (sunlight) D. Aucklandiae Radix (sunlight)

Fig. 1 TLC chromatograms

开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,日光下检视。供试品溶液、盐酸黄柏碱对照品溶液、黄柏对照药材溶液在薄层板上相应位置显相同颜色的斑点,斑点比移值较好,且阴性对照无干扰。详见图1 C。

木香^[12-13]:取样品(批号为20211109)10 mL,加三氯甲烷萃取2次,每次10 mL,合并有机相,蒸干,加5 mL甲醇超声使溶解,即得供试品溶液。取去氢木香内酯对照品0.5 mg,加甲醇制成质量浓度为1 mg/mL的溶液,即得对照品溶液。取木香对照药材1.0040 g,加甲醇10 mL,超声0.5 h,滤过,滤液浓缩至2 mL,即得对照药材溶液。按处方工艺制备缺木香的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验,分别吸取上述溶液各4 μ L,点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-丙酮(10:3, V/V)为展开剂,常温展开,取出,晾干,喷以1%香草醛硫酸溶液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,日光下检视。供试品溶液、去氢木香内酯对照品溶液、木香对照药材溶液在薄层板上相应位置显相同颜色的斑点,斑点比移值较好,且阴性对照无干扰。详见图1 D。

2.2 HPLC法测定白头翁皂苷B₄和盐酸小檗碱的含量

2.2.1 色谱条件

色谱柱:Inertsustain C₁₈键合硅胶柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m);流动相:乙腈-0.1%磷酸溶液(每100 mL加十二烷基苯磺酸钠0.1 g, 30:70, V/V, 白头翁皂苷B₄), 乙腈-0.1%磷酸溶液(每100 mL加十二烷基苯磺酸钠0.1 g, 50:50, V/V, 盐酸小檗碱);检测波长:205 nm(白头翁皂苷B₄), 254 nm(盐酸小檗碱);柱温:35 $^{\circ}$ C(白头

翁皂苷B₄), 40 $^{\circ}$ C(盐酸小檗碱);流速:1.0 mL/min;进样量:15 μ L。

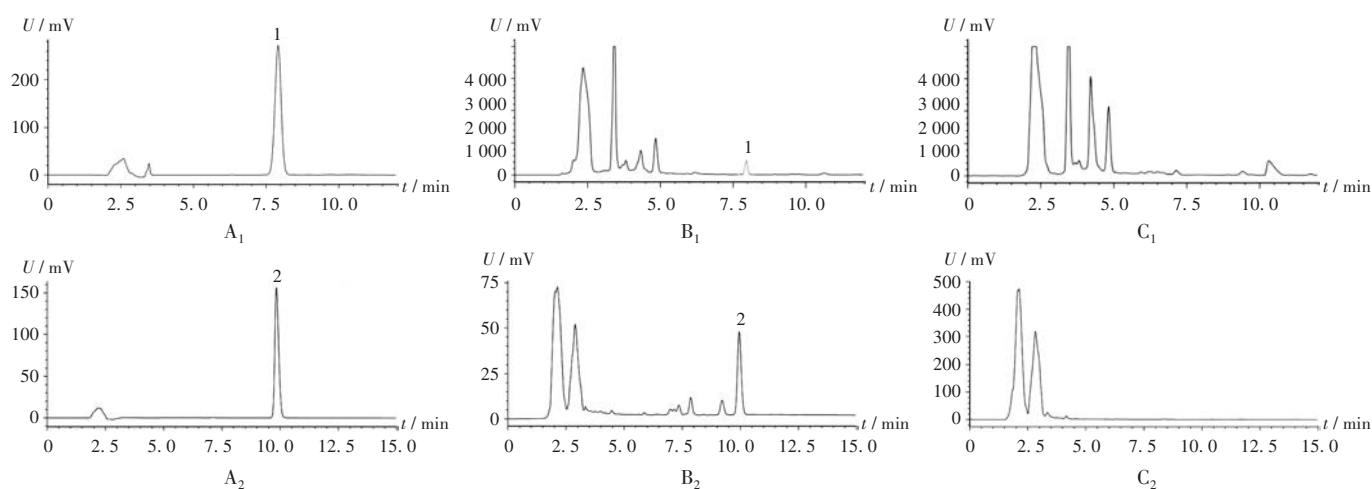
2.2.2 溶液制备

取白头翁皂苷B₄和盐酸小檗碱对照品各适量,精密称定,分别加甲醇超声0.5 h至完全溶解,配制成质量浓度分别为0.910 mg/mL和0.31 mg/mL的对照品溶液。取样品10 mL,加正丁醇萃取2次,每次20 mL,合并有机相,蒸干,残渣加5 mL甲醇超声使溶解,即得供试品溶液I;取样品10 mL,加热蒸发至稠膏状,加甲醇10 mL,超声0.5 h,滤过,取滤液,即得供试品溶液II。按处方工艺分别制备缺白头翁、黄连和黄柏的阴性样品,按供试品溶液制备方法分别制备阴性对照品溶液。

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15 μ L,按2.2.1项下色谱条件进样测定。结果各色谱峰分离良好,峰形对称,且阴性对照无干扰,表明方法专属性良好。色谱图见图2。

线性关系考察:精密吸取2.2.2项下白头翁皂苷B₄对照品溶液0.5, 1, 2, 3, 4, 5 mL,分别置不同的5 mL容量瓶中,加甲醇定容,超声15 min,制成质量浓度分别为91.00, 182.00, 364.00, 546.00, 728.00, 910.00 μ g/mL的系列对照品溶液;精密吸取2.2.2项下盐酸小檗碱对照品溶液1, 2, 4, 6, 8, 10 mL,分别置10 mL容量瓶中,加甲醇定容,超声15 min,制成质量浓度分别为31.00, 62.00, 124.00, 186.00, 248.00, 310.00 μ g/mL的系列对照品溶液。分别按2.2.1项下色谱条件进样测定,以峰面积(Y)为纵坐标、白头翁皂苷B₄和盐酸小檗碱的质



1. 白头翁皂苷B₄ 2. 盐酸小檗碱

A₁, A₂. 对照品溶液 B₁, B₂. 供试品溶液 C₁, C₂. 阴性对照品溶液(分别缺白头翁、黄连和黄柏)

图2 高效液相色谱图

1. Pulchinoside B₄ 2. Berberine hydrochloride

A₁, A₂. Reference solution B₁, B₂. Test solution C₁, C₂. Negative reference solution (lack of Pulsatillae Radix, Coptidis Rhizoma, and Phellodendri Chinensis Cortex, respectively)

Fig. 2 HPLC chromatograms

量浓度(X , $\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标进行线性回归,得回归方程 $Y_{\text{白}} = 4 \times 10^6 X_{\text{白}} + 29\,943$ ($R^2 = 0.999\,4$, $n = 6$)和 $Y_{\text{盐}} = 4 \times 10^6 X_{\text{盐}} + 161\,877$ ($R^2 = 0.999\,5$, $n = 6$)。结果表明,白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱质量浓度分别在 $91.00 \sim 910.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $31.00 \sim 310.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验:精密吸取白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱对照品溶液(质量浓度分别为 $364.00, 124.00 \mu\text{g}/\text{mL}$)各 $15 \mu\text{L}$,按 2.2.1 项下色谱条件进样测定 6 次,记录峰面积。结果白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱峰面积的 RSD 分别为 0.45% 和 0.25% ($n = 6$),表明仪器精密度良好。

重复性试验:取同一批(批号为 20211109)样品 6 份,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。结果白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱的平均含量分别为 $287 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $78.52 \mu\text{g}/\text{mL}$, RSD 分别为 0.27% 和 0.16% ($n = 6$),表明方法重复性良好。

稳定性试验:取样品(批号为 20211109)适量,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,分别于 $0, 2, 4, 6, 8, 12, 24 \text{ h}$ 时按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱峰面积的 RSD 分别为 0.35% 和 0.21% ($n = 7$),表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品(批号为 20211109) 9 份,各 10 mL ,分别加入白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱对照品溶液(质量浓度分别为 $2.931\,0 \text{ mg}/\text{mL}$ 和 $0.254\,0 \text{ mg}/\text{mL}$) $0.5, 1.0, 1.5 \text{ mL}$,各 3 份,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,并计算回收率。结果见表 1。

2.2.4 样品含量测定

取 3 批(批号分别为 20211101, 20211103, 20211109) 样品,各 3 份,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,计算样品中白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱的含量。结果见表 2。

表 2 样品中白头翁皂苷 B_4 和盐酸小檗碱含量测定结果
(mg/mL , $n = 3$)

成分	20211101	20211103	20211109	\bar{X}
白头翁皂苷 B_4	0.285	0.291	0.287	0.288
盐酸小檗碱	0.070 82	0.079 30	0.0785 2	0.076 21

3 讨论

3.1 TLC 条件选择

黄连:参考 2020 年版《中国药典(一部)》黄连项下 TLC 法,以环己烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水-三乙胺($3:3.5:1:1.5:0.5:1, V/V/V/V/V/V$)为展开体系,置浓氨试液预饱和 20 min 的展开缸内展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视,结果斑点位置、数量与《中国药典》不符,原因可能为展开剂的组分和比例不适合供试品溶液的展开^[8]。同时,考察展开体系苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液($12:6:3:3:1, V/V/V/V/V/V$),乙酸丁酯-甲醇-异丙醇-水($10:6:3:1.2, V/V/V/V$),甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液($12:6:3:3:1, V/V/V/V/V/V$)对 TLC 法鉴别结果的影响,结果以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液($12:6:3:3:1, V/V/V/V/V/V$)为展开剂时,黄连的 TLC 鉴别效果较好。盐酸小檗碱偏碱性,在展开缸里加入浓氨试液改善斑点形状,但氨水添加顺序对黄连的 TLC 图有极大影响,发现浓氨试液饱和 $10 \sim 30 \text{ min}$ 可明显改善斑点的形状,若饱和时间过长,斑点呈扁圆形甚至直接融合成直线^[14]。同时,考察不同观察方法(紫外光灯 254 nm 和 365 nm)及不同展距($7, 8, 9 \text{ cm}$)对 TLC 图的影响,最终确定以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲

表 1 加样回收试验结果($n = 9$)

Tab. 1 Results of the recovery test($n = 9$)

样品含量(mg)		加入量(mg)		测得量(mg)		回收率($\%$)		\bar{X} ($\%$)		RSD ($\%$)	
A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
2.870 0	0.196 0	1.465 5	0.127 0	4.360 9	0.320 8	101.73	98.27				
2.870 0	0.196 0	1.465 5	0.127 0	4.356 7	0.322 5	101.45	99.61				
2.870 0	0.196 0	1.465 5	0.127 0	4.364 7	0.320 0	101.99	97.64				
2.870 0	0.196 0	2.931 0	0.254 0	5.827 1	0.450 6	100.89	100.24				
2.870 0	0.196 0	2.931 0	0.254 0	5.852 0	0.451 4	101.74	100.55	100.90	98.93	0.97	1.09
2.870 0	0.196 0	2.931 0	0.254 0	5.838 8	0.448 4	101.29	99.37				
2.870 0	0.196 0	4.305 0	0.381 0	7.169 4	0.569 0	99.87	97.90				
2.870 0	0.196 0	4.305 0	0.381 0	7.166 0	0.568 8	99.79	97.85				
2.870 0	0.196 0	4.305 0	0.381 0	7.147 0	0.573 1	99.35	98.98				

注:A 为白头翁皂苷 B_4 , B 为盐酸小檗碱。

Note: A refers to pulchinoside B_4 , and B refers to berberine hydrochloride.

醇-浓氨试液(12:6:3:3:1, V/V/V/V/V)为展开剂,浓氨试液饱和时间为10~30 min,展距为8 cm,紫外光灯(365 nm)下检视的分离效果较好,主斑点比移值适宜,且斑点清晰。

白头翁:参照2020年版《中国药典(一部)》白头翁TLC法制备供试品溶液,将复方白头翁灌肠液旋干,加适量甲醇超声,过滤,即得;并尝试使用不同展开系统^[15-17]对白头翁进行TLC鉴别,但常出现载样量偏大、拖尾严重、白头翁皂苷B₄斑点几乎在基线上,达不到分离要求。改用正丁醇为提取溶剂,直接提取复方白头翁灌肠液,蒸干后加入甲醇充分溶解,作为供试品溶液,尝试不同展开剂系统[氯仿-甲醇-水(7:3:0.5, V/V/V),正丁醇-冰醋酸-水(4:1:2, V/V/V)],结果展开剂为后者时对照品溶液与供试品溶液色谱中白头翁皂苷B₄的斑点在一条直线上,斑点清晰,分离效果较好。故最终确定2.1项下白头翁的TLC鉴别法。

3.2 HPLC法指标成分选择

方中,白头翁具有较强的抗菌活性,可用于细菌性痢疾、感染性腹泻、溃疡性结肠炎等疾病的治疗^[18]。君药白头翁的主要活性成分白头翁皂苷B₄的抗炎、抗病毒效果显著^[19-20];黄连、黄柏共有成分小檗碱具有抗菌、抗病毒等药理作用^[3],用于治疗急性肠胃炎、消化性溃疡、腹泻等多种细菌引起的消化系统疾病的疗效显著。故本研究中选择白头翁皂苷B₄、盐酸小檗碱作为指标性成分进行含量测定。

3.3 盐酸小檗碱含量测定流动相选择

2020年版《中国药典(一部)》黄连含量测定项下盐酸小檗碱的流动相为乙腈-0.05 mol/L磷酸二氢钾溶液(50:50, V/V),每100 mL中加十二烷基硫酸钠0.4 g,再以磷酸调pH值为4.0;黄柏含量测定项下盐酸小檗碱的流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液(50:50, V/V),每100 mL加十二烷基磺酸钠0.1 g。两组流动相中均加入了十二烷基磺酸钠,其阴离子可与被测组分离离子结合,提高分离度,优化分析效果^[21-22]。本研究中发现,在磷酸二氢钾溶液中每100 mL加十二烷基硫酸钠0.4 g,十二烷基硫酸钠需加热搅拌才能完全溶解,但冷却至常温后溶液又变浑浊。故最终确定以乙腈-0.1%磷酸溶液(每100 mL加十二烷基磺酸钠0.1 g)作为流动相,检测波长为254 nm,柱温为40℃,流速为1.0 mL/min,在此色谱条件下,盐酸小檗碱保留时间适宜,基线平稳无漂移,与杂质峰分离良好。

3.4 方法评价

本研究中建立的方法操作简便、结果准确可靠、重复性好,可用于复方白头翁灌肠液的质量控制。

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,2020:1180-1181.

- [2] 丘海芯,甘金月,王宝林,等. 仲景名方白头翁汤的指纹图谱及功效关联物质预测分析[J]. 中草药,2022,53(6):1740-1750.
- [3] 袁进,张丽峰,高红伟,等. 白头翁皂苷B₄药理作用研究进展[J]. 中成药,2022,44(7):2229-2233.
- [4] 胡茜,张颖,李堃,等. 黄连主要成分小檗碱的临床药理作用探析[J]. 中国中医药现代远程教育,2021,19(24):203-205.
- [5] 闫玉鑫,杨颖,池利昆,等. 川黄柏中原小檗碱型生物碱及其细胞毒性研究[J]. 云南师范大学学报(自然科学版),2022,42(1):46-49.
- [6] 覃翔,林忆龙,陈壮,等. 安肠胶囊质量标准提升研究[J]. 中国药业,2021,30(24):69-73.
- [7] 罗群,蒲清荣,任桂林,等. 肠炎灌肠液的质量标准研究[J]. 云南中医中药杂志,2020,41(3):79-82.
- [8] 林燕,张修齐,胡珊玲,等. 双黄消渴颗粒质量标准提升研究[J]. 赣南师范大学学报,2022,43(3):63-67.
- [9] 仲瑞雪,雷乾娅,何雨蔓,等. 梔黄搽剂质量标准研究[J]. 甘肃科学学报,2021,33(6):39-45.
- [10] 白文明,王来兵,包勒朝鲁,等. 蒙药黄柏膏的质量标准研究[J]. 世界科学技术-中医药现代化,2020,22(10):3795-3801.
- [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] 谭洪泉,马彧,赵磊. 麸炒木香炮制标准研究[J]. 中国医药导刊,2022,24(2):179-183.
- [13] 黄一攀,赵斌斌,盘雯慧,等. 安肠液质量标准的建立[J]. 中国药业,2022,31(10):85-89.
- [14] 范凌云. 三黄栓的体外溶出度及质量标准研究[D]. 兰州:兰州大学,2011.
- [15] 李艳玲,匡秀华,刘永录,等. 白头翁散超微粉和普通粉中各药材的薄层对比鉴别[J]. 中国兽医杂志,2018,54(6):111-113.
- [16] 雒利蓉,王慧,崔东安,等. 仔泻康口服液的质量标准研究[J]. 中国兽药杂志,2018,52(10):57-65.
- [17] 程立方,闫雪生,郭威. 肠安片质量控制研究[J]. 药学研究,2013,32(1):6-9.
- [18] 周昱杉,梁洁,信晨曦,等. 中药复方制剂质量评价方法[J]. 中华中医药学刊,2019,37(3):589-592.
- [19] 代汝伟,高志远,刘秀丽,等. 加味白头翁汤治疗热毒炽盛型溃疡性结肠炎的疗效[J]. 西北药学杂志,2022,37(4):157-161.
- [20] 徐丽科,邓瑞雪,冯义毫,等. 白头翁化学成分研究[J]. 中国中药杂志,2022,47(20):5550-5555.
- [21] 李伟,徐伟,李雪颂. 小檗碱治疗炎症性肠病的作用机制[J]. 中医药信息,2022,39(6):85-89.
- [22] 姜范成,季雪,于远洋,等. HPLC法测定炎可宁片中盐酸小檗碱的含量[J]. 世界最新医学信息文摘,2017,17(27):94-95.

(收稿日期:2023-01-03;修回日期:2023-05-04)