

大败毒胶囊质量标准的研究

高 焱¹, 李 慧¹, 陈闻燕¹, 黄胜良², 钱晓华², 张 丽^{1*}
(1. 南京中医药大学, 江苏 南京 210023; 2. 江苏仁寿药业有限公司, 江苏 淮安 223200)

摘要: **目的** 建立大败毒胶囊(大黄、蒲公英、陈皮等)的质量标准。**方法** TLC 法定性鉴别大黄、黄柏、赤芍、白芷、陈皮、乳香。HPLC 法测定芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚含量。**结果** TLC 斑点清晰, 分离度好, 阴性无干扰。芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚分别在 0.19 ~ 5.93、0.64 ~ 20.36、0.16 ~ 5.25、0.15 ~ 4.91、0.19 ~ 6.06 μg/mL 范围内线性关系良好 ($r \geq 0.999\ 6$), 平均加样回收率分别为 97.12% (RSD = 2.33%)、100.41% (RSD = 2.81%)、102.42% (RSD = 2.02%)、99.24% (RSD = 1.60%)、97.08% (RSD = 2.98%)。**结论** 该方法简便、可靠、准确, 可用于大败毒胶囊的质量控制。
关键词: 大败毒胶囊; 芦荟大黄素; 大黄酸; 大黄素; 大黄酚; 大黄素甲醚; TLC; HPLC
中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2018)11-2450-06
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2018.11.018

Quality standard for Dabaidu Capsules

GAO Yi¹, LI Hui¹, CHEN Wen-yan¹, HUANG Sheng-liang², QIAN Xiao-hua², ZHANG Li^{1*}
(1. Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China; 2. Jiangsu Renshou Pharmaceutical Co., Ltd., Huaian 223200, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for Dabaidu Capsules (*Rhei Radix et Rhizoma, Taraxaci Herba, Citri reticulatae Pericarpium, etc.*). **METHODS** TLC was used for the qualitative identification of *Rhei Radix et Rhizoma, Phellodendri chinensis Cortex, Paeoniae Radix Rubra, Angelicae dahuricae Radix, Citri reticulatae Pericarpium* and *Olibanum*. HPLC was adopted in the content determination of aloe-emodin, rhein, emodin, chrysophanol and physcion. **RESULTS** The clear and well-separated TLC spots were free from negative interference. Aloe-emodin, rhein, emodin, chrysophanol, physcion showed good linear relationships within the ranges of 0.19 – 5.93, 0.64 – 20.36, 0.16 – 5.25, 0.15 – 4.91, 0.19 – 6.06 μg/mL ($r \geq 0.999\ 6$), whose average recoveries were 97.12% (RSD = 2.33%), 100.41% (RSD = 2.81%), 102.42% (RSD = 2.02%), 99.24% (RSD = 1.60%), 97.08% (RSD = 2.98%), respectively. **CONCLUSION** This simple, reliable and accurate method can be used for the quality control of Dabaidu Capsules.
KEY WORDS: Dabaidu Capsules; aloe-emodin; rhein; emodin; chrysophanol; physcion; TLC; HPLC

大败毒胶囊是由大黄、蒲公英、陈皮、木鳖子、白芷、天花粉、金银花、黄柏、乳香(制)、当归、赤芍、甘草、蛇蜕(酒炙)、干蟾(制)、蜈蚣、全蝎、芒硝 17 味药材组成的复方制剂。收载于《卫生部药品标准中药成方制剂》第十二册, 具有清血败毒、消肿止痛之功效^[1], 临床上可用于治疗梅毒^[2]、重症感染^[3]、重度痤疮^[4]等, 但其原质量标准^[5]仅为大黄、黄柏的 TLC 定性鉴别, 不够全面^[6-7]。因此, 基于 2015 版《中国药典》要求^[8], 本实验通过 TLC 法鉴别大黄、黄柏、赤芍、白芷、陈皮、乳香, HPLC 法测定芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚含量, 为该制剂质量的全面控制提供依据。

1 材料

Waters 2695 型高效液相色谱仪(配置 Waters 2998 PDA 检测器, 美国 Waters 公司); 薄层扫描

仪（配置 ATS4-192264 自动点样系统、ADC2-192020 自动展开系统、Visualizer-192142 拍照系统，瑞士 CAMAG 公司）；New Classic MS 型（0.01 mg，瑞士 Mettler-Toledo 公司）、FA1104N 型（0.1 mg，上海舜宇恒平科学仪器有限公司）电子分析天平；KH-500B 型超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）。大黄（产地甘肃）、黄柏（产地四川）、赤芍（产地内蒙）、白芷（产地安徽）、陈皮（产地广西）均购自江苏仁寿药业有限公司，经南京中医药大学吴启南教授鉴定，均为 2015 版《中国药典》项下规定的药材品种。大黄、黄柏、白芷、乳香对照药材（批号分别为 120984-201202、121510-201105、120945-201309、120970-201203），盐酸小檗碱、欧前胡素、异欧前胡素、橙皮苷、大黄酸、大黄素、芍药苷对照品（批号 110713-201212、110826-201214、110827-201109、110721-201316、110757-200206、110756-200110、100736-200506），芦荟大黄素（批号 110795-201308，含有量 97.8%）、大黄酚（批号 110796-201319，含有量 99.6%）、大黄素甲醚（批号 110758-201415，含有量 99.1%）对照品均购自中国食品药品检定研究院。甲醇、乙腈、三氟乙酸为色谱纯；其他试剂均为分析纯；水为 Milli-Q 超纯水。大败毒胶囊（江苏仁寿药业有限公司，每粒装 0.5 g，批号分别为 20140801、20140802、20140803、20141101、20141102、20141103、20141104、20151101、20151102、20151103）。

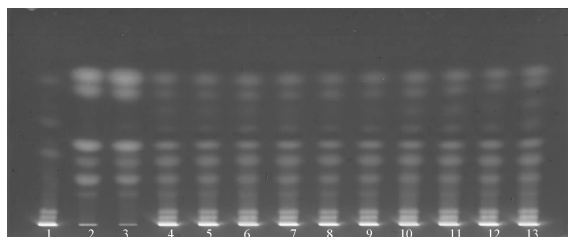
2 方法与结果

2.1 TLC 定性鉴别

2.1.1 阴性对照溶液制备 根据处方去除各药味，按制剂工艺制成相应阴性对照，并按各自供试品溶液制备方法制成相应溶液，即得。

2.1.2 大黄 取本品内容物约 5 g，加三氯甲烷 25 mL、盐酸 1 mL，水浴加热回流 30 min，放冷，过滤，滤液水浴浓缩至约 5 mL，作为供试品溶液；取大黄饮片及其对照药材各 0.5 g，加三氯甲烷 10 mL、盐酸 1 mL，同法制成相应溶液。吸取上述溶液各 5 μ L，点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置于紫外光灯（365 nm）下检视，结果见图 1。由图可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。

2.1.3 黄柏 取本品内容物约 1 g，加 5 mL 甲醇

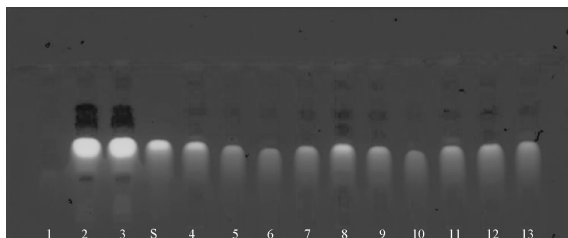


1. 阴性对照 2. 对照药材 3. 饮片 4~13. 样品
1. negative control 2. reference medicinal material 3. medicinal slices 4~13. samples

图 1 大黄 TLC 色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Rhei Radix et Rhizoma*

超声处理 5 min，过滤，滤液作为供试品溶液；取黄柏饮片及其对照药材各 0.5 g，同法制成相应溶液；取盐酸小檗碱对照品适量，加甲醇制成 0.5 mg/mL 溶液。吸取上述溶液各 2 μ L，点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（7:1:2）为展开剂，展开，取出，晾干，置于紫外光灯（365 nm）下检视，结果见图 2。由图可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。



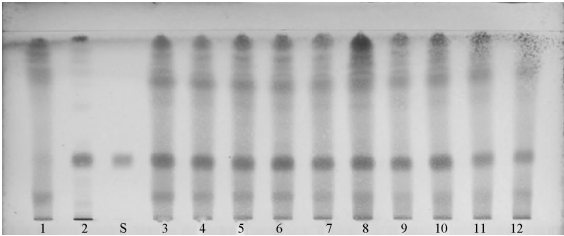
1. 阴性对照 2. 对照药材 3. 饮片 4~13. 样品 S. 盐酸小檗碱
1. negative control 2. reference medicinal material 3. medicinal slices 4~13. samples S. berberine hydrochloride

图 2 黄柏 TLC 色谱图

Fig. 2 TLC chromatogram of *Phellodendri chinensis Cortex*

2.1.4 赤芍 取本品内容物约 5 g，加 30 mL 水溶解，水饱和正丁醇提取 2 次，每次 30 mL，合并正丁醇液，正丁醇饱和水洗涤 2 次，每次 10 mL，正丁醇液置于水浴上蒸干，残渣加 2 mL 乙醇溶解，取上清液，作为供试品溶液。另取赤芍饮片 0.5 g，加 10 mL 乙醇超声 5 min，过滤，滤液蒸干，残渣加 2 mL 乙醇溶解，作为赤芍饮片溶液；取芍药苷对照品适量，甲醇制成 1 mg/mL 溶液。吸取上述溶液各 5 μ L，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）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 香草醛硫酸溶液，85 $^{\circ}$ C 下加热至斑点显色清晰，结果见图 3。由

图可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。

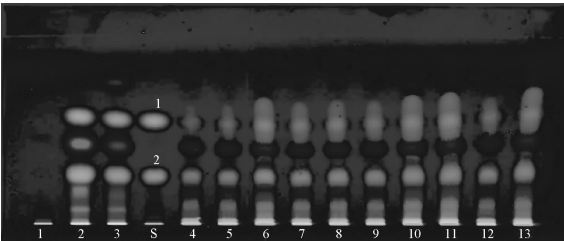


1. 阴性对照 2. 饮片 3~12. 样品 S. 芍药苷
1. negative control 2. medicinal slices 3-12. samples S. paeoniflorin

图 3 赤芍 TLC 色谱图

Fig. 3 TLC chromatogram of *Paeoniae Radix Rubra*

2.1.5 白芷 取本品内容物约 5 g，加 20 mL 乙酸乙酯浸渍 1 h 并不时振摇，过滤，滤液蒸干，残渣加 1 mL 乙酸乙酯溶解，作为供试品溶液；取白芷饮片及其对照药材各 1 g，同法制成相应溶液；取欧前胡素、异欧前胡素对照品适量，加乙酸乙酯制成每 1 mL 含两者各 1 mg 的溶液。吸取上述溶液各 5 μ L，点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-乙醚（3：2）为展开剂，在 25 $^{\circ}$ C 以下展开，取出，晾干，置于紫外光灯（365 nm）下检视，结果见图 4。可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。



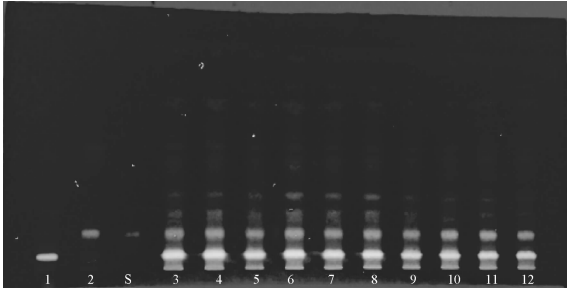
1. 阴性对照 2. 对照药材 3. 饮片 4~13. 样品 S1. 异欧前胡素 S2. 欧前胡素
1. negative control 2. reference medicinal material 3. medicinal slices 4-13. samples S1. isoimperatorin S2. imperatorin

图 4 白芷 TLC 色谱图

Fig. 4 TLC chromatogram of *Angelicae dahuricae Radix*

2.1.6 陈皮 取本品内容物约 0.2 g，加 10 mL 甲醇加热回流 20 min，过滤，取滤液 5 mL，浓缩至 1 mL，作为供试品溶液；取陈皮饮片 0.2 g，同法制成相应溶液；取橙皮苷对照品适量，加甲醇制成 0.5 mg/mL 溶液。吸取上述溶液各 2 μ L，点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（100：17：13）为展开剂，展至约 3 cm，取出，晾干，再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（20：10：1：1）上层溶液为展开剂，展至约 8 cm，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，置于紫外灯（365 nm）下检视，结果见图 5。由图可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。

再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（20：10：1：1）上层溶液为展开剂，展至约 8 cm，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，置于紫外灯（365 nm）下检视，结果见图 5。由图可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。

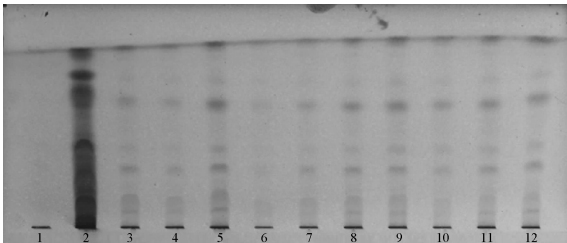


1. 阴性对照 2. 饮片 3~12. 样品 S. 橙皮苷
1. negative control 2. medicinal slices 3-12. samples S. hesperidin

图 5 陈皮 TLC 色谱图

Fig. 5 TLC chromatogram of *Citri reticulatae Pericarpium*

2.1.7 乳香 取本品内容物约 5 g，加 25 mL 无水乙醇超声 30 min，过滤，滤液蒸干，残渣加 2 mL 无水乙醇溶解，作为供试品溶液；取乳香对照药材 0.5 g，加 25 mL 无水乙醇超声 30 min，过滤，滤液蒸干，加 5 mL 无水乙醇溶解，作为对照药材溶液。吸取上述溶液各 5 μ L，点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（11：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 香草醛硫酸溶液，85 $^{\circ}$ C 下加热至斑点显色清晰，结果见图 6。由图可知，供试品色谱在与各对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点，特征性强，阴性无干扰。



1. 阴性对照 2. 对照药材 3~12. 样品
1. negative control 2. reference medicinal material 3-12. samples

图 6 乳香 TLC 色谱图

Fig. 6 TLC chromatogram of *Olibanum*

2.2 HPLC 定量测定^[9-11]
2.2.1 色谱条件 Waters Symmetry C₁₈ 色谱柱（4.6 mm \times 250 mm，5 μ m）；流动相乙腈（A）-0.05% 三氟乙酸（B），梯度洗脱（程序见表 1）；

检测波长 254 nm；体积流量 1.0 mL/min；柱温 30 ℃；进样量 20 μL。

表 1 梯度洗脱程序

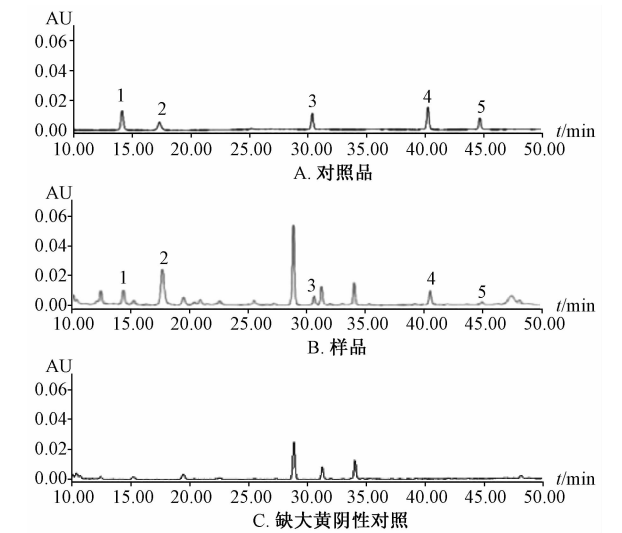
Tab. 1 Gradient elution programs		
时间/min	A 乙腈/%	B 0.05% 三氟乙酸/%
0 ~ 15	40	60
15 ~ 45	40 ~ 75	60 ~ 25
45 ~ 47	75	25
47 ~ 50	75 ~ 40	25 ~ 60
50 ~ 55	40	60

2.2.2 对照品溶液制备 分别精密称取芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品 6.06、5.09、5.25、4.93、3.06 mg，置于 100 mL 量瓶中，适量甲醇超声溶解并定容至刻度，摇匀，即得（质量浓度分别为 59.27、50.90、52.50、49.10、30.32 μg/mL）。

2.2.3 供试品溶液制备 精密称取本品内容物约 2 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50 mL，称定质量，80 ℃下水浴加热回流 60 min，放冷，甲醇补足减失的质量，过滤，滤液 13 000 r/min 下离心 10 min，取上清液，即得。

2.2.4 方法学考察

2.2.4.1 专属性考察 图 7 显示，阴性对照在对照品相同保留时间处未出现对应色谱峰，表明阴性无干扰。



1. 芦荟大黄素 2. 大黄酸 3. 大黄素 4. 大黄酚 5. 大黄素甲醚
1. aloe-emodin 2. rhein 3. emodin 4. chrysophanol 5. physcion

图 7 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 7 HPLC chromatograms of various constituents

2.2.4.2 线性关系考察 精密量取大黄酸、大黄

素甲醚对照品溶液 20、10 mL，大黄素、大黄酚、芦荟大黄素对照品溶液各 5 mL，置于 50 mL 量瓶中混匀，甲醇定容至刻度，再将其倍半稀释为 6 个质量浓度，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定。以峰面积为纵坐标（Y），质量浓度为横坐标（X）进行线性回归，结果见表 2，可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 2 各成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of various constituents			
成分	回归方程	r	线性范围/ (μg·mL ⁻¹)
芦荟大黄素	$Y=94\ 555X-1\ 630.7$	0.999 9	0.19 ~ 5.93
大黄酸	$Y=67\ 628X-26\ 780$	0.999 6	0.64 ~ 20.36
大黄素	$Y=71\ 999X-2\ 295.4$	0.999 9	0.16 ~ 5.25
大黄酚	$Y=101\ 744X+60.174$	1.000 0	0.15 ~ 4.91
大黄素甲醚	$Y=72\ 438X-1\ 816.9$	1.000 0	0.19 ~ 6.06

2.2.4.3 稳定性试验 取供试品溶液（批号 20141101），于 0、2、4、8、10、12 h 在“2.2.1”项色谱条件下进样 20 μL 测定，测得芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积 RSD 分别为 0.54%、0.37%、0.73%、0.60%、2.64%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.2.4.4 精密度试验 精密吸取供试品溶液（批号 20141101）20 μL，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定 6 次，测得芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积 RSD 分别为 0.53%、0.33%、1.13%、0.36%、1.83%，表明仪器精密度良好。

2.2.4.5 重复性试验 取样品（批号 20141101）6 份，按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.2.1”项色谱条件下进样 20 μL 测定，测得芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚含有量 RSD 分别为 0.78%、0.98%、0.74%、0.58%、2.94%，表明该方法重复性良好。

2.2.4.6 加样回收率试验 分别精密量取“2.2.2”项下含有量已知的芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品溶液 11、70、9、10、4.3 mL，混合于 500 mL 量瓶中，甲醇稀释至刻度。精密称取样品（批号 20401101）6 份，每份约 1.0 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入 50 mL 上述对照品溶液，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定，计算回收率。结果，芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚平均加样回收率分别为 97.12%、100.41%、102.42%、99.24%、97.08%，RSD 分别为 2.33%、2.81%、2.02%、

1.60%、2.98%。

2.3 样品含有量测定 取 10 批样品，按上述方法测定含有量，结果见表 3，可知 10 批样品游离总蒽醌平均含有量为 305.2 μg/粒。以 -20% 为下

限，含有量限度（以游离总蒽醌计）应不低于 244.2 μg/粒，综合考虑其他因素，最终将其设定为每粒胶囊中游离总蒽醌含有量不得低于 240.0 μg。

表 3 各成分含有量测定结果 (n=3)

Tab. 3 Results of content determination of various constituents (n=3)

批号	含有量/(μg·粒 ⁻¹)					
	芦荟大黄素	大黄酸	大黄素	大黄酚	大黄素甲醚	游离总蒽醌(总量)
20140801	46.59	187.9	37.32	48.12	14.86	334.8
20140802	49.89	189.4	37.83	51.47	15.91	344.5
20140803	34.86	116.8	36.87	60.94	22.12	271.6
20141101	35.68	117.7	36.85	60.99	22.71	273.9
20141102	42.76	167.3	34.83	42.84	13.73	301.4
20141103	43.46	175.7	38.45	44.34	14.31	316.2
20141104	40.41	165.5	34.62	41.00	13.36	294.9
20151101	41.74	168.9	36.19	42.96	14.12	303.9
20151102	36.08	120.7	36.47	59.63	20.95	273.8
20151103	48.15	184.7	38.64	50.17	15.44	337.1

3 讨论

中药质量标准的规范化是现代中药发展的瓶颈之一^[12-14]，我国现行中成药标准中药味的鉴别数量大多少于组方药味的三分之一，并且含有量测定指标较少。大败毒胶囊作为由 17 味药材组成的复方制剂，原标准仅以其中 2 味药材的 TLC 鉴别作为其质量控制依据，故本实验采用 TLC、HPLC 法完善了质量标准。

在 TLC 定性鉴别中，本实验不仅改进了原标准中大黄、黄柏的鉴别方法，并新建了臣药与佐使药白芷、赤芍、陈皮、乳香的鉴别方法。另外，还曾对蒲公英、金银花鉴别条件进行摸索，但因两者阴性有干扰，故暂不予以考虑。

大黄为大败毒胶囊君药，其主要成分为芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚等蒽醌类。2015 版《中国药典》建议，尽量测定中药中的游离成分而不是转化成分。以其为指导原则，本实验选择测定以上 5 种游离蒽醌含有量及其总量，并对流动相进行优化。当应用 2015 版《中国药典》中大黄含有量测定的流动相甲醇-0.1% 磷酸（85：15）时，调节流动相比例进行等度或梯度洗脱均无法使所测成分达到良好的分离，而换用洗脱能力更强的三氟乙酸-乙腈系统并调节流动相比例后，各成分分离度理想。然后，进一步考察不同体积分数三氟乙酸（0.025%、0.05%、0.1%），结果基于对分离度及色谱柱保护的考虑，最终选择乙腈-0.05% 三氟乙酸作为流动相。

参考文献：

[1] 陈翔,林君,许景景,等. 大败毒胶囊中总蒽醌的含量测定[J]. 医药导报, 2013, 32(11): 1510-1512.

[2] 胡鹏飞,胡南,葛亮,等. 大败毒胶囊对梅毒血清固定患者外周血 Treg/Th17 比例及 CD4~+CD25~+T 细胞水平的影响[J]. 中国性科学, 2016, 25(6): 146-148.

[3] 赵笃英. 大败毒胶囊治疗重症感染 6 例报告[J]. 中国实用内科杂志, 2016, 36(S1): 71-72.

[4] 李瑞英,李铀. 大败毒胶囊联合异维 A 酸治疗重度痤疮疗效观察[J]. 中国皮肤性病学杂志, 2011, 25(7): 573-574.

[5] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准（中药成方制剂第十二册）[S]. 1997.

[6] 梁建宁,谭朝阳. 大败毒胶囊质量标准研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2004, 11(10): 874-875.

[7] 郑玉光,梁敏,刘翠艳,等. 大败毒胶囊质量标准研究[J]. 中成药, 2007, 29(11): 1700-1703.

[8] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.

[9] 韩海红,陈翔. 一测多评法测定大败毒胶囊中的蒽醌类成分[J]. 中国药学杂志, 2013, 48(23): 2039-2044.

[10] Wang Z B, Hu J X, Du H X, et al. Microwave-assisted ionic liquid homogeneous liquid-liquid microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of anthraquinones in *Rheum palmatum* L. [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2016, 125: 178-185.

[11] Shi Y B, Li H L, Wang H Q, et al. Simultaneous determination of five anthraquinones in a Chinese traditional preparation by RP-HPLC using an improved extraction procedure[J]. *J Integr Med*, 2014, 12(5): 455-462.

[12] 肖小河,鄢丹,马丽娜,等. 中药现代化研究近十年概论[J]. 中国现代中药, 2012, 14(1): 7-12, 46.

- [13] 刘红宁,王玉蓉,陈丽华,等. 中药药剂学研究进展与发展思路探讨[J]. 世界中医药, 2015, 10(3): 305-309, 314.
- [14] 杨 燕,田成旺. 现代中药发展的几个关键问题[J]. 中草药, 2016, 47(18): 3346-3350.

胃气痛片质量标准的研究

那 微, 金 星, 薛春梅, 李慧勇*
(黑龙江省食品药品检验检测所, 黑龙江 哈尔滨 150088)

摘要: **目的** 建立胃气痛片(乌药、青皮、白芍等)的质量标准。**方法** TLC 法定性鉴别青皮、乳香、白芍、木香、肉桂, HPLC 法测定去甲异波尔定、芍药苷、橙皮苷含量。**结果** TLC 斑点清晰, 分离度好, 阴性无干扰。去甲异波尔定、芍药苷、橙皮苷分别在 4.746 7 ~ 118.668 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 8$)、19.207 8 ~ 192.1 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 8$)、10.51 ~ 105.1 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 9$) 范围内线性关系良好, 平均加样回收率分别为 93.72% (RSD = 0.7%)、93.29% (RSD = 0.8%)、96.22% (RSD = 0.2%)。**结论** 该方法简便、准确、可靠, 可用于胃气痛片的质量控制。

关键词: 胃气痛片; 去甲异波尔定; 芍药苷; 橙皮苷; TLC; HPLC

中图分类号: R927.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2018)11-2455-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2018.11.019

Quality standard for Weiqitong Tablets

NA Wei, JIN Xing, XUE Chun-mei, LI Hui-yong*
(Heilongjiang Provincial Institute for Food and Drug Control, Harbin 150088, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for Weiqitong Tablets (*Linderae Radix*, *Citri reticulatae Pericarpium Viride*, *Paeoniae Radix Alba*, etc.). **METHODS** TLC was used for the qualitative identification of *Citri reticulatae Pericarpium Viride*, *Olibanum*, *Paeoniae Radix Alba*, *Aucklandiae Radix* and *Cinnamomi Cortex*. HPLC was adopted in the content determination of norisoboldine, paeoniflorin, hesperidin. **RESULTS** The clear and well-separated TLC spots were free from negative interference. Norisoboldine, paeoniflorin and hesperidin showed good linear relationships within the ranges of 4.746 7 – 118.668 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 8$), 19.207 8 – 192.1 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 8$), 10.51 – 105.1 $\mu\text{g/mL}$ ($r = 0.999\ 9$), whose average recoveries were 93.72% (RSD = 0.7%), 93.29% (RSD = 0.8%), 96.22% (RSD = 0.2%), respectively. **CONCLUSION** This simple, accurate and reliable method can be used for the quality control of Weiqitong Tablets.

KEY WORDS: Weiqitong Tablets; norisoboldine; paeoniflorin; hesperidin; TLC; HPLC

胃气痛片由乌药、郁金、香附、青皮、乳香、没药、五灵脂、高良姜、八角茴香、白芍、木香、丁香、肉桂 13 味药材组成, 并有木香-乌药、丁香-郁金、乳香-没药等药对^[14], 功效理气、和胃、止痛, 对胃脘疼痛、胸腹胀满、呕吐酸水、消化不良等

等症状有较好的疗效。目前, 胃气痛片执行质量标准收载于中华人民共和国卫生部药品标准(中药成方制剂第十三册), 编号为 WS3-B-2561-97^[5], 但该标准构成简单, 缺少必要的定性鉴别、定量测定项目。因此, 本实验采用 TLC 法定性鉴别胃气

收稿日期: 2018-02-28

作者简介: 那 微 (1979—), 女, 硕士生, 副主任药师, 从事中药质量分析评价与质量标准建立研究。Tel: (0451) 53638792-2604, E-mail: naweicn@sina.cn

* 通信作者: 李慧勇 (1981—), 男, 硕士生, 副主任药师, 从事中药质量分析评价与质量标准建立研究。Tel: (0451) 53638792-2604, E-mail: 6010472@qq.com