

益气通脉胶囊质量标准的研究

孔燕, 王健*

(扬州市食品药品检验检测中心, 江苏扬州 225009)

摘要: 目的 建立益气通脉胶囊(川芎、赤芍、三七等)的质量标准。方法 显微鉴别三七、川芎, TLC法定性鉴别川芎、赤芍、三七、西洋参, HPLC法测定三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g_1} 、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b_1} 的含有量。结果 三七、川芎显微特征稳定; TLC斑点清晰, 阴性无干扰; 4种成分在各自范围内线性关系良好 ($r \geq 0.9980$), 平均加样回收率 93.63%~105.46%, RSD 1.6%~2.0%。结论 该方法重复性好, 专属性强, 可用于益气通脉胶囊的质量控制。

关键词: 益气通脉胶囊; 药材; 化学成分; 显微鉴别; TLC; HPLC

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)03-0516-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.03.007

Quality standard for Yiqi Tongmai Capsules

KONG Yan, WANG Jian*

(Yangzhou Municipal Center for Food and Drug Control, Yangzhou 225009, China)

ABSTRACT: AIM To establish the quality standard for Yiqi Tongmai Capsules (*Chuanxiong Rhizoma*, *Paeoniae Radix Rubra*, *Notoginseng Radix et Rhizoma*, etc.). **METHODS** Microscopic identification was performed on *Notoginseng Radix et Rhizoma* and *Chuanxiong Rhizoma*. TLC was adopted in the qualitative identification of *Chuanxiong Rhizoma*, *Paeoniae Radix Rubra*, *Notoginseng Radix et Rhizoma* and *Panacis quinquefolii Radix*. HPLC was used for the content determination of notoginsenoside R_1 , ginsenoside R_{g_1} , ginsenoside Re and ginsenoside R_{b_1} . **RESULTS** *Notoginseng Radix et Rhizoma* and *Chuanxiong Rhizoma* demonstrated stable microscopic characteristics. The TLC spots were clear without negative inference. Four constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r \geq 0.9980$), whose average recoveries were 93.63%–105.46% with the RSDs of 1.6%–2.0%. **CONCLUSION** This reproducible and specific method can be used for the quality control of Yiqi Tongmai Capsules.

KEY WORDS: Yiqi Tongmai Capsules; medicinal materials; chemical constituents; microscopic identification; TLC; HPLC

益气通脉胶囊为宝应县中医医院经验方, 由西洋参、三七、黄精、川芎、赤芍等 8 味药材组成, 功效益气养阴、活血通脉, 用于气阴不足兼血瘀症所致头昏、头晕、胸闷、胸痛, 但该方并无明确详细的质量标准。因此, 本实验通过查阅相关文献和反复摸索, 制定三七、川芎的显微鉴别方法, 确定川芎、赤芍、西洋参、三七的 TLC 定性鉴别方

法^[1], 并通过 HPLC 法测定西洋参、三七中三七皂苷 R_1 、人参皂苷 R_{g_1} 、人参皂苷 Re、人参皂苷 R_{b_1} 的含有量^[2], 以期控制该制剂质量^[3]。

1 材料

BX51 光学显微镜、3X Optical Zoom 数码相机(日本 Olympus 公司); MS204S 电子天平(瑞士 Mettler-Toledo 公司); HH-4 数显恒温水浴锅(常

收稿日期: 2018-06-28

作者简介: 孔燕(1982—), 女, 主管中药师, 从事中药饮片、中成药质量分析及研究工作。Tel: 13852718987, E-mail: 11305735@qq.com

* 通信作者: 王健(1985—), 男, 主管药师, 从事中成药质量分析及保健食品、化妆品质量研究。Tel: 13773569566, E-mail: dssnow@126.com

州国华电器有限公司); TLC Visualizer 薄层成像系统 (瑞士 Camag 公司); 硅胶 G 薄层板、高效硅胶 G 薄层板 (青岛海洋化工厂); Agilent 1200 高效液相色谱仪 (美国安捷伦公司)。乙腈为色谱纯^[4]; 其他试剂均为分析纯; 水为纯化水。

川芎 (批号 120918-201612) 对照药材及芍药苷 (批号 110736-201741)、三七皂苷 R₁ (批号 110745-201619)、人参皂苷 Rg₁ (批号 110703-201731)、人参皂苷 Re (批号 110754-201626)、人参皂苷 Rb₁ (批号 110704-201625)、拟人参皂苷 F₁₁^[5-6] (批号 841-9903) 对照品均购于中国食品药品检定研究院。

3 批益气通脉胶囊来自宝应县中医医院制剂室, 批号 170502、170529、170619, 0.3 g/粒, 10 粒/板, 3 板/盒。缺川芎、赤芍、西洋参、三七阴性样品 (同时缺西洋参、三七的为阴性对照), 来自宝应县中医医院制剂室。

2 方法与结果

2.1 显微鉴别 图 1~2 显示, 三七中树脂道碎片含黄色分泌物^[7]; 川芎中油室大多已破碎, 偶可见油室碎片, 分泌细胞壁薄, 含有较多的油滴^[7], 3 批样品显微特征均稳定, 易于鉴别。

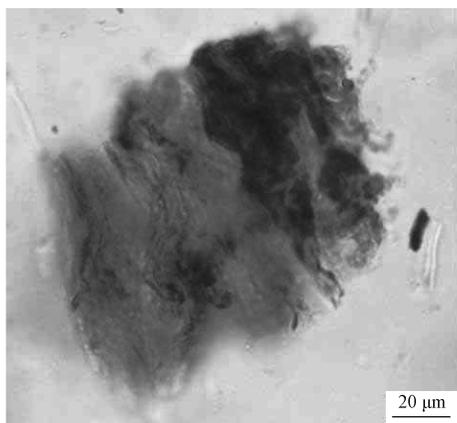


图 1 三七显微鉴别图

Fig. 1 Image for microscopic identification of *Notoginseng Radix et Rhizoma*

2.2 TLC 定性鉴别

2.2.1 川芎 取本品内容物 2 g, 加 25 mL 乙醚轻摇, 回流 15 min, 过滤, 蒸干, 残渣加 1 mL 乙酸乙酯溶解, 作为供试品溶液^[8-9]; 取对照药材 1 g, 同法制成相应溶液^[3,7]; 取阴性样品适量, 同法制成相应溶液, 吸取上述 3 种溶液各 5 μL, 点于同一硅胶 G 薄层板上^[6,10], 以正己烷-乙酸乙酯 (3:1) 为展开剂, 展开缸中预平衡 15 min, 上行

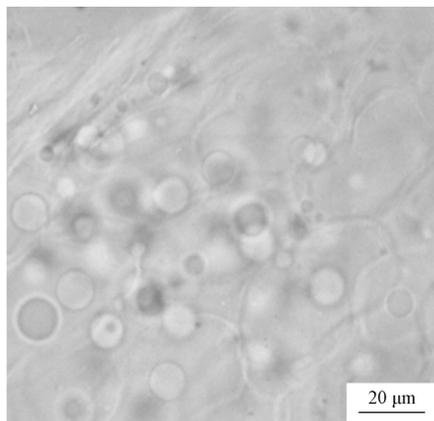
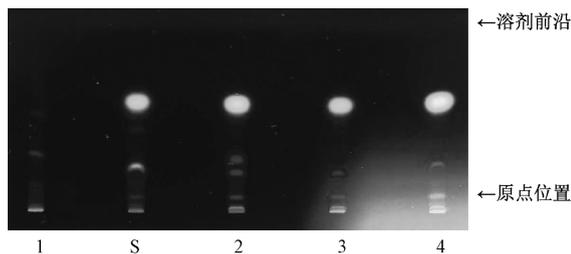


图 2 川芎显微鉴别图

Fig. 2 Image for microscopic identification of *Chuanyong Rhizoma*

展开, 展距 9 cm, 取出, 晾干, 置于紫外灯 (365 nm) 下检视^[4,11], 结果见图 3。由图可知, 供试品色谱中在与对照药材相应位置上显相同颜色荧光斑点^[12], 阴性无干扰^[13]。



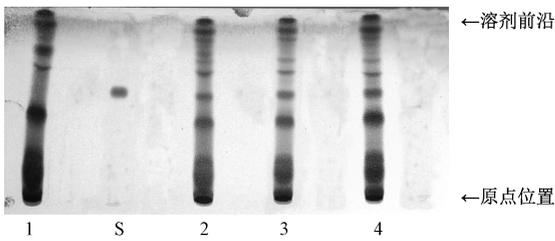
1. 阴性样品 S. 对照药材 2~4. 样品 (170502、170529、170619)
1. negative sample S. reference medicinal material 2-4. samples (170502, 170529, 170619)

图 3 川芎 TLC 色谱图

Fig. 3 TLC chromatogram of *Chuanyong Rhizoma*

2.2.2 赤芍 取本品内容物 2 g, 加 25 mL 乙醇, 轻摇, 超声 15 min, 过滤, 蒸干, 残渣加 1 mL 乙醇溶解, 作为供试品溶液^[4]; 取芍药苷对照品适量, 甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 该成分的对照品溶液^[2]; 取阴性样品适量, 同法制成相应溶液, 吸取上述 3 种溶液各 8 μL, 点于同一硅胶 G 薄层板上^[2], 以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸 (40:5:20:0.5) 为展开剂, 展开缸中预平衡 15 min, 上行展开, 展距 9 cm, 取出, 晾干, 再喷以 5% 香草醛硫酸溶液^[7-8], 105 °C 下加热至斑点显色清晰^[11], 置于日光下检视, 结果见图 4。由图可知, 供试品色谱在与对照品相应位置上显相同颜色斑点^[2], 阴性无干扰。

2.2.3 西洋参、三七 取本品内容物 2 g, 加 25 mL 甲醇轻摇, 回流 30 min, 滤过, 滤液蒸干,



1. 阴性样品 S. 对照品 2~4. 样品 (170502、170529、170619)
1. negative sample S. reference substance 2~4. samples (170502, 170529, 170619)

图4 赤芍 TLC 色谱图

Fig. 4 TLC chromatogram of *Paeoniae Radix Rubra*

残渣加 20 mL 水溶解, 加水饱和正丁醇振摇提取 2 次^[5], 每次 25 mL, 合并提取液^[14-15], 正丁醇饱和水洗 2 次^[2-3], 每次 10 mL, 分取正丁醇液^[7,9], 蒸干, 残渣加 1 mL 甲醇溶解, 作为供试品溶液^[4,8]; 取拟人参皂苷 F₁₁、人参皂苷 Rb₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rg₁、三七皂苷 R₁ 对照品适量, 甲醇制成每 1 mL 各含 2 mg 上述成分的对照品溶液; 取阴性对照适量, 同法制成相应溶液, 吸取上述 3 种溶液各 5 μL, 点于同一硅胶 G 薄层板上^[4,11], 以三氯甲烷-无水乙醇-水 (20 : 20 : 2) 为展开剂, 展开缸中预平衡 15 min, 上行展开, 展距 9 cm, 取出, 晾干, 再喷以 10% 硫酸乙醇溶液^[11], 105 °C 下加热至斑点显色清晰^[4,15], 分别置于日光、紫外光灯 (365 nm) 下检视, 结果见图 5。由图可知, 供试品色谱在与对照品相应位置上显相同颜色斑点或荧光斑点^[2,10], 阴性无干扰。

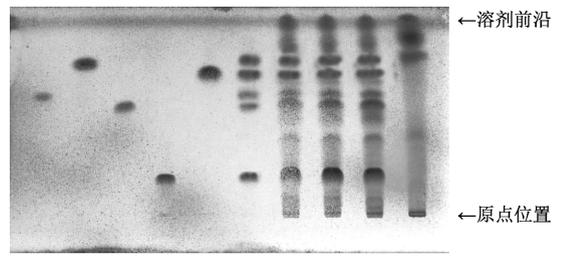
2.3 HPLC 含有量测定

2.3.1 色谱条件和系统适应性试验 Inertsil® ODS-SP 色谱柱 (5 μm, 4.6 mm×250 mm); 流动相乙腈 (A) -水 (B), 梯度洗脱, 程序见表 1; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 28 °C; 检测波长 203 nm; 进样量 10 μL, 色谱图见图 6。由图可知, 各成分分离度良好, 阴性无干扰, 理论塔板数按人参皂苷 Rb₁ 计应不低于 4 000。

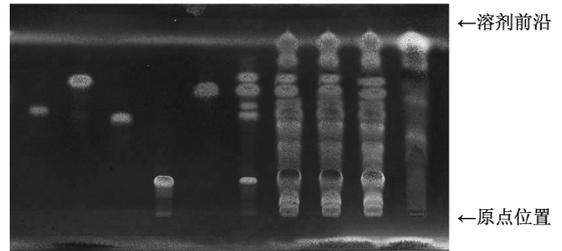
表 1 梯度洗脱程序

Tab. 1 Gradient elution programs

时间/min	A 乙腈/%	B 水/%
0~35	20.5	79.5
35~55	30	70
55~68	45	55
68~85	65	35
85~90	65	35
90~91	20.5	79.5
91~106	20.5	79.5



A. 日光下



B. 紫外光灯(365 nm)下

S1. 三七皂苷 R₁ S2. 人参皂苷 Rg₁ S3. 人参皂苷 Re S4. 人参皂苷 Rb₁ S5. 拟人参皂苷 F₁₁ S6. 对照品溶液 1~3. 样品 (170502、170529、170619) 4. 阴性对照
S1. notoginsenoside R₁ S2. ginsenoside Rg₁ S3. ginsenoside Re S4. ginsenoside Rb₁ S5. pseudo-ginsenoside F₁₁ S6. reference substance solution 1~3. samples (170502, 170529, 170619) 4. negative reference

图5 三七、西洋参 TLC 色谱图

Fig. 5 TLC chromatograms of *Notoginseng Radix et Rhizoma* and *Panacis quinquefolii Radix*

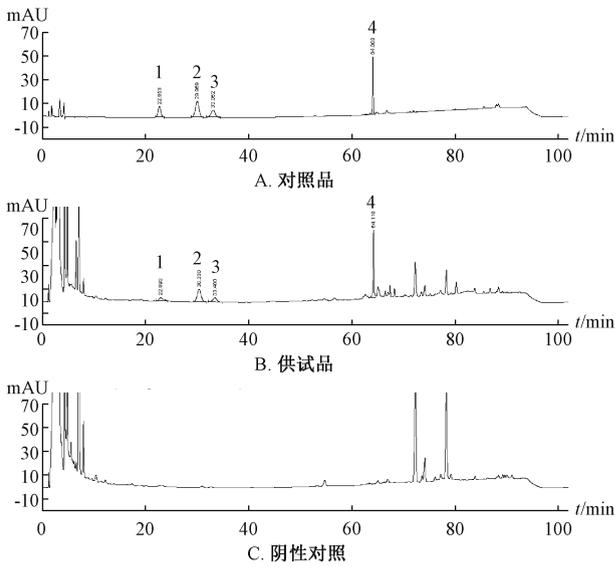
2.3.2 溶液制备

2.3.2.1 对照品溶液 精密称取各对照品适量, 置于 25 mL 量瓶中, 甲醇溶解定容至刻度, 摇匀, 制成分别含三七皂苷 R₁、人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 317.12、552.32、646.72、561.28 μg/mL 的溶液, 即得。

2.3.2.2 供试品溶液 取质量差异项下本品内容物, 研细, 混匀, 精密称取约 0.5 g, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 25 mL 甲醇, 称定质量, 静置 1 h, 80 °C 水浴回流 2 h, 放冷, 甲醇补足缺失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3.2.3 线性关系考察 精密量取对照品溶液 0.5、1、2、3、4、5、6 mL, 置于 10 mL 量瓶中, 甲醇稀释定容至刻度, 分别精密量取 10 μL^[4], 在“2.3.1”项色谱条件下进样测定^[10]。以溶液质量浓度为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y)^[16] 进行回归, 结果见表 2, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

然后, 甲醇多次稀释对照品溶液, 以信噪比



1. 三七皂苷 R₁ 2. 人参皂苷 R_{g1} 3. 人参皂苷 Re 4. 人参皂苷 Rb₁
1. notoginsenoside R₁ 2. ginsenoside R_{g1} 3. ginsenoside Re
4. ginsenoside Rb₁

图6 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 6 HPLC chromatograms of various constituents

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/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
三七皂苷 R ₁	$Y=3.603X-3.0616$	0.999 0	15.856~190.272
人参皂苷 R _{g1}	$Y=3.9406X+7.0819$	0.999 0	27.616~331.392
人参皂苷 Re	$Y=1.7424X+1.7547$	0.999 0	32.336~388.032
人参皂苷 Rb ₁	$Y=2.7775X+38.589$	0.998 0	28.064~336.768

S/N=3 为检测限, S/N=10 为定量限。结果, 三七皂苷 R₁ 检测限、定量限分别为 2.448、8.606 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 人参皂苷 R_{g1} 分别为 0.628、3.580 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 人参皂苷 Re 分别为 3.720、13.953 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、人参皂苷 Rb₁ 分别为 0.102、27.151 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.3.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液各 10 μL , 在“2.3.1”项色谱条件下进样测定 6 次^[16], 测得三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 峰面积 RSD^[17] 分别为 1.4%、1.2%、1.2%、0.9%, 表明仪器精密度良好。

2.3.5 稳定性试验 精密称取批号 170502 样品 0.5 g, 按“2.3.2.2”项下方法制备供试品溶液, 于 0、4、8、12、24、48 h 在“2.3.1”项色谱条件下进样 10 μL 测定^[18], 测得三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 峰面积 RSD 分别为 1.6%、1.5%、1.5%、0.9%, 表明溶液在

48 h 内稳定性良好。

2.3.6 重复性试验 精密称取批号 170502 样品 6 份, 每份 0.5 g, 按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.3.1”项色谱条件下进样测定^[19], 测得三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 含有量 RSD 分别为 1.4%、1.5%、13%、0.8%, 表明该方法重复性较好。

2.3.7 加样回收率试验 精密称取批号 170529 样品 6 份, 每份 0.25 g, 精密加入含三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 1 982、4 054、3 564、3 784 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的对照品溶液 0.2 mL 及甲醇 24.8 mL, 按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.3.1”项色谱条件下进样测定, 计算回收率, 结果见表 3。

表3 各成分加样回收率试验结果 (n=6)

Tab. 3 Results of recovery tests for various constituents (n=6)

成分	取样量/ g	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回收 率/% (RSD/%)
三七皂苷 R ₁	0.255 8	0.287 5	0.396 4	0.703 9	105.05	105.46
	0.254 6	0.286 0	0.396 4	0.707 3	106.29	(1.8)
	0.252 7	0.284 0	0.396 4	0.708 1	107.00	
	0.249 7	0.280 5	0.396 4	0.684 4	101.89	
	0.256 0	0.288 0	0.396 4	0.707 9	105.92	
	0.255 1	0.287 0	0.396 4	0.709 6	106.62	
人参皂苷 R _{g1}	0.255 8	1.507 5	0.810 8	2.303 9	98.22	98.38
	0.254 6	1.500 5	0.810 8	2.312 3	100.12	(2.0)
	0.252 7	1.489 5	0.810 8	2.279 5	97.44	
	0.249 7	1.471 5	0.810 8	2.248 4	95.82	
	0.256 0	1.509 0	0.810 8	2.299 4	97.49	
	0.255 1	1.503 5	0.810 8	2.324 1	101.21	
人参皂苷 Re	0.255 8	1.452 5	0.712 8	2.112 1	92.54	93.63
	0.254 6	1.445 5	0.712 8	2.121 4	94.83	(1.6)
	0.252 7	1.435 0	0.712 8	2.092 1	92.19	
	0.249 7	1.418 0	0.712 8	2.077 6	92.53	
	0.256 0	1.454 0	0.712 8	2.122 5	93.78	
	0.255 1	1.449 0	0.712 8	2.132 8	95.93	
人参皂苷 Rb ₁	0.255 8	3.047 5	0.756 8	3.763 7	94.64	96.54
	0.254 6	3.033 0	0.756 8	3.779 7	98.66	(1.7)
	0.252 7	3.011 0	0.756 8	3.741 7	96.55	
	0.249 7	2.975 0	0.756 8	3.710 8	97.22	
	0.256 0	3.050 5	0.756 8	3.768 0	94.81	
	0.255 1	3.040 0	0.756 8	3.777 0	97.38	

2.3.8 样品含有量测定 将 3 批样品^[13] 按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.3.1”项色谱条件下进样测定^[9], 计算含有量, 结果见表 4。然后, 按三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1}、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 平均含有量的 80% 设限, 分别为 0.30、1.60、1.30、3.00 mg/粒, 拟规定样

品中^[5,18]含西洋参、三七量以各成分总含有量计,不得少于6.0 mg/粒。

表4 各成分含有量测定结果 (n=3)

Tab. 4 Results of content determination of various constituents (n=3)

成分	批号	含有量/(mg·粒 ⁻¹)	平均值/(mg·粒 ⁻¹)
三七皂苷 R ₁	170502	0.380 1	0.384 9
	170529	0.345 0	
	170619	0.429 9	
人参皂苷 R _{g₁}	170502	1.981 2	1.984 8
	170529	1.809 0	
	170619	2.163 9	
人参皂苷 Re	170502	1.877 1	1.677 0
	170529	1.742 7	
	170619	1.762 2	
人参皂苷 R _{b₁}	170502	3.738 3	3.799 5
	170529	3.657 0	
	170619	4.002 9	

3 讨论

3.1 TLC 条件筛选 川芎的TLC条件参照2015年版《中国药典》,采用乙醚回流提取作为提取方法;比较了硅胶G预制薄层板、硅胶H预制薄层板、高效硅胶G预制薄层板(青岛海洋化工厂)上,发现高效硅胶G板虽然斑点较清晰,但R_f值相对其他2种板稍逊,综合考虑选择硅胶G板作为点样薄层板;考察了不同展开系统,最终采用正己烷-乙酸乙酯(3:1),此时斑点清晰,分离度好,R_f值适宜;比较了点样2、5、8、10 μL,发现点样5 μL时斑点清晰可见,分离度良好,无拖尾现象;样品放置24 h后再点样,发现斑点仍清晰可见,表明稳定性较好;温度、湿度对川芎TLC定性鉴别的影响不显著,两者分别在15~22℃、38%~65%范围内时薄层层析结果稳定,斑点清晰。

赤芍的TLC条件参照2015年版《中国药典》,采用乙醇超声作为提取方法;比较了硅胶G预制薄层板(青岛海洋化工厂、德国MN公司)、高效硅胶G预制薄层板(青岛海洋化工厂),发现均能得到较好分离,主斑点清晰,其中MN硅胶G板的斑点清晰度优于青岛海洋硅胶G板,但R_f值较低,而后者虽然斑点略散,但R_f值较适中,故选择青岛海洋硅胶G板作为点样薄层板;比较了不同展开系统,最终采用三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:20:0.5),此时斑点清晰,分离度好,R_f值适宜;比较了点样2、5、8、10 μL,发现点样8 μL斑点清晰可见,分离度良好,无拖尾现象;样品放置24 h后点样,发现斑点仍清晰可见,表明稳定性较好;温度、湿度对赤芍TLC定性鉴别

的影响不显著,两者分别在15~22℃、38%~65%范围内时薄层层析结果稳定,斑点清晰。

西洋参、三七的TLC条件参考了2015年版《中国药典》,由于前者含有拟人参皂苷F₁₁,为其特异性成分,同时2种药材中共有成分较多,以三七皂苷R₁、人参皂苷R_{g₁}、人参皂苷Re、人参皂苷R_{b₁}相对含有量较高,故选择上述5种成分进行实验;考察了不同提取方法,最终采用甲醇回流蒸干→加水溶解→正丁醇萃取→水洗作为提取方法;比较了硅胶G预制薄层板、硅胶H预制薄层板、高效硅胶G预制薄层板(青岛海洋化工厂),发现对照品在硅胶G、硅胶H板上均不能完全分离,而在高效硅胶G板上有较好分离,主斑点清晰,故选择其作为点样薄层板;比较了不同展开系统,最终采用三氯甲烷-无水乙醇-水(20:20:2);比较了点样2、5、8、10 μL,发现点样5 μL时斑点清晰可见,分离度良好,无拖尾现象;样品放置24 h后点样,发现斑点清晰可见,表明稳定性较好。温度、湿度对人参皂苷类成分TLC定性鉴别的影响较大,两者分别在20℃以下、低于50%时薄层层析结果稳定,斑点清晰。

3.2 HPLC 条件筛选 参考2015年版《中国药典》,分别放置过夜、1 h后再回流提取,发现两者无明显区别,故确定提取方法为取样后加甲醇静置1 h,80℃水浴下回流2 h,此时供试品溶液提取充分,简便易行;以出峰数、相邻对照品色谱峰之间的分离度为主要指标,优化色谱柱、柱温、流动相、梯度洗脱程序、检测波长,最终确定“2.3.1”项下色谱条件^[20]。

参考文献:

[1] 孔燕,田静,尹萌.健脾肥儿糖浆质量标准研究[J].海峡药学,2017,29(1):45-49.

[2] 孟淑智.消栓通颗粒的质量控制研究[C]//2009年中国药学会大会暨第九届中国药师周论文集.长沙:中国药学会,2009:208-214.

[3] 孟淑智.消栓通颗粒的质量控制研究[C]//2010年中国药学会大会暨第十届中国药师周论文集.天津:中国药学会,2010:1265-1271.

[4] 陈瑾.金菊消痔栓的质量标准研究[J].医药导报,2012,31(1):79-81.

[5] 袁海铭,吴迪.通脉降脂咀嚼片质量标准提高[J].江西化工,2015(3):86-90.

[6] 樊莉.黄芪天麻胶囊的制备工艺及质量标准研究[D].重庆:第三军医大学,2009.

[7] 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: 11-12, 40-41, 131-132, 158.
- [8] 杨 松, 李兴之. 胆胰康泰散质量标准研究[J]. 内蒙古中医药, 2017, 36(14): 128-130.
- [9] 林德晖. 戒瘾解毒胶囊的质量标准研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2012.
- [10] 陈秀敏, 靳风云, 彭小冰, 等. 消病胶囊质量标准研究[J]. 中药材, 2016, 39(5): 1094-1097.
- [11] 韦 练. 复方石斛黄芪颗粒的药学研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2013.
- [12] 田 英. 妇宁康胶囊的薄层色谱鉴别研究[J]. 中国煤炭工业医学杂志, 2011, 14(7): 1032-1033.
- [13] 任海洋, 贾 佳, 方 李, 等. 通塞益脑口服液的质量控制研究[J]. 中国药师, 2014, 17(9): 1489-1493.
- [14] 杨 洁, 张 静, 孟 楣, 等. 复方红藤糖浆的薄层色谱鉴别研究[J]. 中医临床杂志, 2015, 27(1): 113-115.
- [15] 李劲松. 健脑灵片质量标准中的成分鉴别和芍药苷含量测定研究[D]. 武汉: 湖北工业大学, 2017.
- [16] 吴建伟, 张 瑾. HPLC法测定石南中熊果酸、齐墩果酸的含量[J]. 海峡药学, 2013, 25(8): 76-78.
- [17] 吴凤荣, 曾聪彦, 胡玉良, 等. 续骨冲和膏的质量标准研究[J]. 中国药房, 2015, 26(9): 1276-1279.
- [18] 李晓波, 杨紫刚, 沈 勇, 等. HPLC法同时测定野三七中三七皂苷 R₁ 及人参皂苷 R_{g1}、R_{b1}、R_d 的含量[J]. 中国药师, 2012, 15(10): 1383-1385.
- [19] 李 娜, 崔翰明, 李小芳. 三七总皂苷脂质体微丸的制备[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(18): 35-38.
- [20] 宋建平, 张月婵, 刘训红, 等. 罗布麻叶 HPLC 指纹图谱的研究[J]. 南京中医药大学学报, 2008, 24(6): 414-416, 插图VI, 封三.

芪仙地花颗粒质量标准的研究

张 蓓¹, 罗旭明², 李默影¹, 王雄彪², 吴 彤^{1*}

(1. 中国医药工业研究总院中药创新中心, 上海 201203; 2. 上海中医药大学附属普陀医院, 上海 200062)

摘要: 目的 建立芪仙地花颗粒(黄芪、淫羊藿、虎杖等)的质量标准。方法 TLC、HPLC法分别定性鉴别黄芪、巴戟天, HPLC法测定淫羊藿苷、虎杖苷含量。结果 TLC斑点清晰, 阴性无干扰; HPLC色谱图中阴性对照无干扰; 淫羊藿苷、虎杖苷分别在0.51~25.45、0.54~27.00 μg/mL范围内呈良好的线性关系($r=1$), 平均加样回收率分别为98.79% (RSD=4.54%)、99.50% (RSD=3.47%)。结论 该方法准确、稳定、可行, 可用于芪仙地花颗粒的质量控制。

关键词: 芪仙地花颗粒; 黄芪; 巴戟天; 淫羊藿苷; 虎杖苷; TLC; HPLC

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)03-0521-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.03.008

Quality standard for Qixian Dihua Granules

ZHANG Bei¹, LUO Xu-ming², LI Mo-ying¹, WANG Xiong-biao², WU Tong^{1*}

(1. Innovation Center for Chinese Materia Medica, China State Institute of Pharmaceutical Industry, Shanghai 201203, China; 2. Putuo Hospital Affiliated to Shanghai University of Traditional Chinese Medicine, Shanghai 200062, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for Qixian Dihua Granules (*Astragali Radix*, *Epimedium Folium*, *Polygoni cuspidati Rhizoma et Radix*, etc.). **METHODS** TLC and HPLC were adopted in the qualitative identification of *Astragali Radix* and *Morindae officinalis Radix*, respectively. HPLC was used for the content determination of icariin and polydatin. **RESULTS** The TLC spots were clear without negative interference. HPLC chromatograms revealed no interference due to negative reference. Icariin and polydatin showed good linear relation-

收稿日期: 2018-04-01

作者简介: 张 蓓 (1992—), 女, 硕士生, 从事中药药效物质基础及质量标准研究。Tel: 13122371125, E-mail: 1728699265@qq.com

* 通信作者: 吴 彤 (1967—), 男, 博士, 研究员, 从事中药药效物质基础及其新药研发。Tel: (021) 20572000-2023, E-mail: tongwu88@163.com