

香砂养胃丸质量控制方法研究进展

洪梅¹, 尹湑^{2*}

1. 沈阳本原生物工程有限责任公司, 辽宁 沈阳 110016

2. 沈阳药科大学 中药学院, 辽宁 沈阳 110016

摘要: 香砂养胃丸是《中国药典》收载品种, 具有温中和胃、止呕的功效, 是治疗脾胃虚弱、消化不良等症的常用中成药。香砂养胃丸由木香、砂仁、白术、厚朴等 12 味中药组成, 成分复杂, 干扰因素较多。其质控方式大多是对药材枳实、木香、香附进行定性鉴别, 对厚朴中的厚朴酚与和厚朴酚进行定量测定。为进一步完善其质量控制方法, 对香砂养胃丸质量标准的研究概况进行综述, 为科学、全面制定香砂养胃丸的质量标准和评价产品质量提供可靠的依据。

关键词: 香砂养胃丸; 质量控制; 高效液相色谱; 薄层色谱

中图分类号: R **文献标志码:** A **文章编号:** 1674-6376(2012)03-0229-04

Advances in study on quality control of Xiangsha Yangwei Pills

HONG Mei¹, YIN Tian²

1. Shenyang Primitive Biological Engineering Co., Ltd., Shenyang 110016, China

2. College of Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China

Abstract: Xiangsha Yangwei Pills is one of species collected in *China pharmacopoeia*. It is the treatment of spleen and stomach weak, indigestion, wait for disease of commonly used traditional Chinese medicine. Xiangsha Yangwei Pills contains 12 flavour Chinese medicines, complicated composition and has more interference factors. This article reviews the quality control of Xiangsha Yangwei Pills, and provides theoretical basis to setablish the quality standard of Xiangsha Yangwei Pills.

Key words: Xiangsha Yangwei Pills; quality control; HPLC; TLC

香砂养胃丸为《中国药典》2010 年版一部收载品种, 是由木香、砂仁、白术、陈皮、茯苓、半夏等 12 味中药组成的复方制剂, 有温中和胃之功效, 主要用于胃阳不足、湿阻气滞所致的胃痛、痞满等症^[1]。近年来, 关于香砂养胃丸制剂质量控制方法的报道较多, 主要有高效液相色谱 (HPLC) 法和薄层色谱 (TLC) 法。由于香砂养胃丸中成分复杂, 干扰因素较多, 为保证产品质量, 对其质量控制的研究有很多报道。本文通过文献查阅和整理分析, 对香砂养胃丸质量控制方法研究概况进行综述, 为香砂养胃丸的质量控制提供依据。

1 定性鉴别

王亚梅^[2]和王亚莉^[3]采用 TLC 法对香砂养胃丸中木香、枳实、厚朴进行了定性鉴别, 对药典采用的香砂养胃丸的 TLC 鉴别方法进行了改进。木香药材的提取, 改用温浸的方法, 操作简便, 同时保证

提取充分。枳实对照品点样量由原先的 2 μL 改为 4 μL , 使显色斑点更清晰。对于木香的显色鉴别, 则采用较低浓度显色剂 (1%香草醛硫酸溶液), 室温下显色, 相对于药典加热显色的方法, 更为简便、实用。

宋丽军^[4]采用 TLC 法对香砂养胃丸中枳实、厚朴、木香、香附进行了定性鉴别。其中枳实、厚朴、木香的鉴别在同一薄层板上展开, 在波长为 365 nm 的紫外光灯下, 在与枳实对照药材色谱相应的位置上, 供试品显相同的蓝色荧光斑点, 以此鉴别枳实; 在波长为 254 nm 的紫外光灯下, 在与厚朴酚与和厚朴酚对照品色谱相应的位置上, 供试品显两个相同颜色的斑点, 以此鉴别厚朴; 在日光灯检视下喷以 5%香草醛硫酸溶液, 在与木香对照药材色谱相应的位置上, 显相同的紫红色至紫蓝色斑点, 以此鉴别木香。利用硅胶 G 薄层板, 以苯-醋酸乙酯-冰

收稿日期: 2012-02-10

作者简介: 洪梅 (1971—), 女, 主要研究方向为中药质量研究。

*通讯作者 尹湑, 讲师, 在读博士, 主要研究方向为功能食品的研究与开发。Tel: (024)23986521 E-mail: echo56_1981@sina.com

醋酸(60:1:1)为展开剂,喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液,在105℃加热至与对照品 α -香附酮色谱相应的位置上显相同颜色的斑点,以此鉴定香附。

陈宝江等^[5]采用TLC法对香砂养胃丸中的白术进行了定性鉴别。采用硅胶GF₂₅₄薄层板,以环己烷-甲苯-醋酸乙酯(14:3:3)为展开剂,在波长为245 nm的紫外线灯下,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同暗紫色的主斑点,以此鉴定白术。与药典中采用的显微鉴别香砂养胃丸中白术的方法相比,此法更具专属性。

潘鲁敏等^[6]对香砂养胃丸中的白术、香附、藿香、陈皮、砂仁5味中药进行了薄层色谱鉴别。白术的鉴别供试样用乙醚回流提取,甲醇溶解作为供试品溶液,在硅胶G薄层板上,以环己烷为展开剂展开,喷以5%香草醛硫酸乙醇溶液,105℃烘至呈现明显斑点。香附用乙醇回流提取,醋酸乙酯溶解作为供试品溶液,以环己烷-醋酸乙酯(8:2)为展开剂,喷以2,4-二硝基苯肼的盐酸乙醇溶液显色。藿香、砂仁的鉴别:采用石油醚浸泡过夜提取作为供试品溶液,分别点于同一硅胶薄层板上,以石油醚-醋酸乙酯(19:2)为展开剂,喷以1%香草醛硫酸溶液,105℃烘至呈现明显斑点,其中藿香显粉红色斑点,砂仁显淡紫兰色斑点。其中对砂仁的鉴别方法为阳春砂仁 *Amomum villosum* Lour.特有,作为砂仁的质控标准很有意义。陈皮的鉴别:取藿香、砂仁项下残渣,加甲醇回流提取作为供试品溶液,以醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,喷以2% AlCl₃试液,置紫外灯(254 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品橙皮苷色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

2 定量测定

2.1 挥发性醚浸出物测定

香砂养胃丸中大部分药材均含有挥发性成分,掌握其挥发性物质的量对控制制剂质量有一定意义。潘鲁敏等^[6]采用了测定挥发性醚浸出物的方法以控制香砂养胃丸质量,测定了6个不同批号香砂养胃丸中挥发性醚浸出物质量分数,平均为0.39%~0.57%。提示各批号间差别不大,可以确定一客观标准来控制其质量。另提示本品在贮藏过程中会造成挥发性成分的损失,影响产品质量,生产厂家及使用单位都应注意改善贮存条件和缩短使用期限。

2.2 橙皮苷及柚皮苷的测定

橙皮苷、柚皮苷是陈皮、枳实中的主要有效成分,因此其质量分数是制定香砂养胃丸质量标准必不可少的考核指标。已报道的测定香砂养胃丸中橙皮苷的方法有薄层扫描法和HPLC法,为评价和控制产品质量提供了依据。

潘小娟^[7]采用高效硅胶G板以醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂展开,显色剂为1% AlCl₃乙醇溶液,置紫外灯下定位。结果显示橙皮苷在0~6.36 μ g点样量与峰面积线性关系良好。用双波长薄层扫描法测定香砂养胃丸(浓缩丸)中的橙皮苷,平均回收率达97.82%,RSD为2.81%。方法简便易行,有良好的准确性和重现性。

采用HPLC法测定产品中橙皮苷,以乙腈-水-磷酸^[8-10]、甲醇-水-醋酸^[11-12]或甲醇-水-乙腈^[12-13]流动相体系进行分离检测。

刘思曼等^[8]采用DiamonsilTMC₁₈色谱柱,以乙腈-水(22:78,磷酸调pH 3.5)为流动相,体积流量1.2 mL/min,柱温30℃,在283 nm波长下同时测定香砂养胃丸中橙皮苷和柚皮苷。结果显示橙皮苷在0.25~1.49 μ g、柚皮苷在0.023~0.14 μ g具有良好线性关系;橙皮苷、柚皮苷平均回收率分别为99.3%、102.6%,RSD分别为1.2%、2.5%,该法可作为香砂养胃丸制剂主要有效成分的质量控制补充方法。

王晟等^[9]利用Hysil-C₁₈柱,以乙腈-水-磷酸(175:825:0.1)为流动相,体积流量1.0 mL/min,柱温40℃,在254 nm下测定,结果显示此法简便可靠,测得香砂养胃丸中的橙皮苷 ≥ 4.80 mg/g。

方加林等^[11]采用Sep-Pak C₁₈固相萃取微柱对样品进行净化处理,Prodigy ODS色谱柱,甲醇-水-冰醋酸(35:61:4)为流动相,体积流量1.0 mL/min,柱温35℃,在283 nm波长下测定,结果在0.148~0.481 μ g橙皮苷进样量与色谱峰面积线性良好,平均回收率为100.3%,RSD为1.5%。

另外,香砂养胃丸供试品中橙皮苷的提取率是影响其定量测定的关键问题之一。用碱液提取的方法繁琐,并且提取液杂质较多,不利于HPLC的分析。利用橙皮苷溶于热甲醇的性质采用甲醇超声^[12]或回流^[13-15]提取基本能将橙皮苷提取完全。

2.3 厚朴酚与和厚朴酚的测定

厚朴酚与和厚朴酚均为方中厚朴的活性成分,采用HPLC法控制产品质量,主要采用乙腈-水-冰

醋酸^[15-19]和甲醇-水^[20-21]流动相体系进行分离检测。

周天红^[15]采用乙腈-2%冰醋酸为流动相进流动相梯度洗脱,在波长 294 nm、体积流量 1.0 mL/min、柱温 35 °C 条件下同时测定香砂养胃丸中橙皮苷、厚朴酚及和厚朴酚,建立的方法准确、灵敏,可用于制剂的质量控制。

田雁钰^[18]改进了香砂养胃丸测定供试品溶液的制备方法,样品由索氏提取改为甲醇超声提取后,HPLC 测定,厚朴酚及和厚朴酚质量分数提高,方法重复性好,可作为控制香砂养胃丸的质量依据。

姜宁等^[22]用快速溶剂萃取系统快速萃取香砂养胃丸中厚朴酚及和厚朴酚,利用甲醇-水-冰醋酸(79:21:0.25)为流动相,测定一个样品只需约 20 min,方法简便、准确、专属性强且省时经济,能有效地控制香砂养胃丸的质量。

周建军等^[23]应用不同的提取方法对香砂养胃丸中厚朴酚与和厚朴酚进行了比较测定。样品分别采用石油醚热回流法与甲醇超声提取法提取,HPLC 法测定,结果显示甲醇超声提取法所得有效成分质量分数显著高于石油醚热回流法,更适合香砂养胃丸中厚朴酚与和厚朴酚的定量测定。

2.4 其他有效成分的测定

李伟等^[24]使用 C₁₈ 柱,以甲醇-水(60:40)为流动相,体积流量 1.0 mL/min,柱温 30 °C,检测波长 220 nm,测定香砂养胃丸中白术有效成分白术内酯 I,结果显示方法线性关系良好,平均加样回收率为 99.54%。

任孝德等^[25]选用醋酸乙酯放置过夜提取、超声 30 min 的方法处理样品,以甲醇-0.1%磷酸溶液(70:30)为流动相,体积流量 1.0 mL/min,柱温 40 °C,在 225 nm 波长下测定香砂养胃丸中君药木香有效成分-木香烯内酯。木香烯内酯的线性范围为 0.226 4~1.132 μg,加样回收率为 98.4%,RSD 为 2.51%。

陈逸等^[26]采用柱前衍生反相 HPLC 法测定香砂养胃丸中法半夏的有效成分 γ-氨基丁酸,结果 γ-氨基丁酸质量浓度在 2.252~13.512 g/mL 与峰面积有较好的线性关系,平均加样回收率为 98.04%,建立了较完善的测定方法,可用于香砂养胃丸中 γ-氨基丁酸的定量测定。

3 结语

香砂养胃丸是一种常用的治疗胃病的中成药,在我国应用广泛且疗效显著。虽然目前对其质量标

准研究较少,且大多集中在方中厚朴有效成分厚朴酚及和厚朴酚方面,其质量控制需要在指纹图谱等更全面的方法加以研究,以使这一经典方剂更好地为人类的健康服务。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] 王亚梅. 香砂养胃丸质量标准的改进 [J]. 医药导报, 2005, 24(8): 724.
- [3] 王亚莉. 香砂养胃丸质量标准的改进 [J]. 基层中药杂志, 2000, 14(3): 21.
- [4] 宋丽军. 对香砂养胃丸 TLC 鉴别的改进 [J]. 河南中医药学报, 2002, 17(2): 26-27.
- [5] 陈宝江, 肖连玉, 韩风华. 薄层色谱法用于香砂养胃丸中白术定性鉴别的研究 [J]. 山东中医杂志, 2007, 26(9): 636.
- [6] 潘鲁敏, 周亚球, 王 敏, 等. 香砂养胃丸的薄层鉴别与质量考察 [J]. 基层中药杂志, 1992, 6(3): 26-29.
- [7] 潘小娟. 薄层扫描法测定香砂养胃丸中橙皮甙含量 [J]. 江苏中医, 2000, 21(6): 40.
- [8] 刘思曼, 边清泉, 唐 英, 等. HPLC 测定香砂养胃丸中橙皮苷和柚皮苷含量 [J]. 化学研究与应用, 2008, 20(9): 1196-1198.
- [9] 王 晟, 张丽艳, 张 欣, 等. 香砂养胃丸中橙皮苷的含量测定 [J]. 中医药学报, 2004, 32(5): 20.
- [10] 郑玉光, 李国川, 朱学梅, 等. 高效液相色谱法测定香砂养胃丸浓缩丸橙皮苷含量 [J]. 中国医院药学杂志, 2009, 29(2): 170-171.
- [11] 方加林, 朱炳辉, 方继辉. 高效液相色谱法测定香砂养胃丸中橙皮苷的含量 [J]. 中药新药与临床药理, 2003, 14(3): 183-185.
- [12] 王海英, 赵建泽. HPLC 测定香砂养胃丸中橙皮苷的含量 [J]. 中成药, 2005, 27(9): 1115-1116.
- [13] 顾继红. 高效液相色谱法测定香砂养胃丸中的橙皮甙含量 [J]. 中国血液流变学杂志, 2003, 13(2): 199-200.
- [14] 刘泉明, 金卫冲. HPLC 法测定香砂养胃丸中橙皮甙的含量 [J]. 山东医药工业, 1999, 18(6): 11-13.
- [15] 周天红. HPLC 法测定香砂养胃丸(浓缩丸)中橙皮苷、厚朴酚及和厚朴酚含量 [J]. 中国药师, 2011, 14(1): 67-68.
- [16] 许重坤, 王晓燕, 刘 伟. HPLC 法测定香砂养胃丸(浓缩丸)中厚朴酚和厚朴酚的含量 [J]. 临床医学, 2008, 28(6): 120.
- [17] 陈 剑, 刘频健, 王晓一. 香砂养胃丸中厚朴的厚朴酚、和厚朴酚含量的测定 [J]. 安徽农业科学, 2009, 37(23): 1087-1082.
- [18] 田雁钰. 香砂养胃丸含量测定方法的改进 [J]. 现代食品与药品杂志, 2007, 17(4): 48-49.

- [19] 干国平, 熊 丽, 陆海涛, 等. 高效液相色谱法测定香砂养胃丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量 [J]. 中国医院药学杂志, 2002, 22(22): 734-736.
- [20] 赵小磊, 陈 蕴, 刘 超, 等. 香砂养胃丸 (浓缩丸) 中厚朴酚与和厚朴酚的含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2004, 10(6): 17-18.
- [21] 肖文平, 高 雄. 高效液相色谱法测定香砂养胃丸中厚朴酚的含量 [J]. 湖北中医杂志, 2011, 33(3): 70-71.
- [22] 姜 宁, 刘晓鹏, 李翠霞. 香砂养胃丸中厚朴酚与和厚朴酚的提取及测定 [J]. 中国民族民间医药, 2008, 17(7): 13.
- [23] 周建军, 邓百万, 张宏杰, 等. 2 种提取方法对香砂养胃丸中厚朴酚与和厚朴酚浸出的影响 [J]. 中成药, 2006, 28(8): 1139-1141.
- [24] 李 伟, 文红梅, 张爱华, 等. RP-HPLC 测定香砂养胃丸中白术内酯 I 的含量 [J]. 中成药, 2000, 12(22): 837-839.
- [25] 任孝德, 屠万倩. HPLC 法测定香砂养胃丸中木香烯内酯的含量 [J]. 中医研究, 2007, 20(8): 29-30.
- [26] 陈 逸, 陈文秋, 余敏灵, 等. 反相高效液相色谱法测定香砂养胃丸中 γ -氨基丁酸含量 [J]. 药物鉴定, 2010, 19(15): 25-26.

郑重声明

天津**中草药**杂志社 (出版《**中草药**》、*Chinese Herbal Medicines* (CHM, **中草药**英文版)、《现代药物与临床》、《药物评价研究》4 本期刊) 未与任何单位或个人签署版面合作及论文代理发表协议, 凡是以天津**中草药**杂志社及其所属期刊的名义进行的版面合作及论文代理发表等非法活动, 均严重侵害了天津**中草药**杂志社的合法权益, 天津**中草药**杂志社将保留对其采取法律行动的权利, 特此郑重声明。

希望广大作者、读者认准天津**中草药**杂志社门户网站“[www.中草药杂志社.中国](http://www.tjprpress.com)或www.tiprpress.com”, 切勿上当受骗; 若发现假冒天津**中草药**杂志社及所属期刊的情况, 请检举揭发。

电话: 022-27474913 E-mail: zcy@tiprpress.com

天津**中草药**杂志社