

质量分数不同,其杂质或多或少会干扰测定的准确性,而通过 HPLC 法将竹叶黄酮中的主要成分分离出来并测定,为更准确判定竹叶提取物质量提供了依据。

参考文献:

[1] 张 英.天然功能性竹叶提取物-竹叶黄酮[J].中国食品添加剂

剂,2002(3):54-66.

[2] 吴三林,李书华,弓加文.竹叶活性成分的研究进展[J].乐山师范学院学报,2005,20(5):53-54.

[3] 兰燕字,王爱民,何 讯,等 RP-HPLC 测定注射用复方荛苒冻干粉针中异荛苒素、荛苒素的含量[J].中国药杂志,2005,40(14):1100-1102.

[4] 刘江处,周荣琪.竹叶提取物总黄酮含量测定方法的改进[J].食品科技,2005,7:76-79.

温经丸质量标准研究

曲 佳^{1,2}, 丰景超³, 李艳玉⁴, 吕曙华²

(1. 天津大学药物科学与技术学院, 天津 300072; 2. 天津市药品检验所, 天津 300070; 3. 广西中医学院 研究生部, 广西 南宁 570001; 4. 天津中新药业集团股份有限公司达仁堂制药厂, 天津 300457)

摘 要:目的 建立温经丸的质量标准。方法 采用薄层色谱法鉴别制剂中党参、吴茱萸、白术,制定处方附子中乌头碱的限量检查方法,采用高效液相色谱法测定处方肉桂中桂皮醛。结果 采用薄层色谱法均能检出党参、吴茱萸及吴茱萸碱、白术;桂皮醛 0.139 2~0.696 0 μg 线性关系良好, $r = 0.999\ 9$, 平均回收率为 97.3%, RSD 为 0.91%。结论 建立的质量标准方法简便、准确,重现性好,可用于温经丸的质量控制。

关键词:温经丸;党参;吴茱萸;白术;薄层色谱;桂皮醛;高效液相色谱

中图分类号:R286.1

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)09-1335-04

温经丸为《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 1 册收载品种,由党参、白术、茯苓、肉桂、干姜、厚朴、黄芪、郁金、沉香、吴茱萸、附子 11 味中药组成,具有养血温经,散寒止痛的功效,用于妇女血寒,经期腹痛,腰膝无力,湿寒白带,血色暗淡,子宫虚冷等症。为了提高质量标准,有效地控制药品质量,本实验采用 TLC 法对处方中党参、吴茱萸、白术进行定性鉴别;建立附子中乌头碱的限量检查方法;鉴于肉桂具有散寒止痛,活血通经的功效,故采用 HPLC 法,以桂皮醛为定量指标,建立处方中肉桂的测定方法。修订后的质量标准方法简便、准确,重现性好,可用于温经丸的质量控制。

1 仪器与材料

日本 Shimadzu LC-2010AHT 高效液相色谱仪,LC Solution 工作站。Mettler AE 260 万分之一电子天平,Mettler Toledo AG 135 十万分之一电子天平,CAMAG Linomat 5 半自动点样仪,CAMAG Reprostar 3 薄层色谱成像仪。

党参对照药材(批号:121057-200504)、吴茱萸碱对照品(批号:110802-200504)、吴茱萸对照药材(批号:120909-200508)、白术对照药材(批号:

120925-200407)、乌头碱对照品(批号:110720-200410)、桂皮醛对照品(批号:110710-200212)均购自中国药品生物制品检定所;温经丸由天津中新药业集团股份有限公司达仁堂制药厂提供,9 g/丸;缺党参、吴茱萸、白术和附子的阴性对照样品均由天津中新药业集团股份有限公司达仁堂制药厂提供;高效液相用乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为去离子水。

2 方法与结果

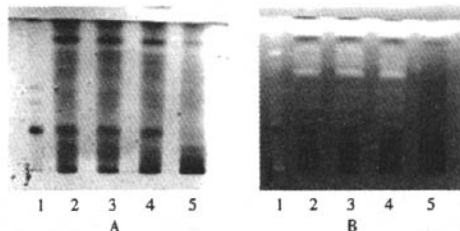
2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 党参:取本品 10 g,剪碎,加硅藻土 5 g,研匀,加甲醇 100 mL,超声处理 45 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 6 mL 使溶解,置 C_{18} 固相萃取小柱(500 mg,用甲醇、20%甲醇各 10 mL 预洗)中,依次用 20%甲醇、甲醇各 5 mL 洗脱,收集甲醇洗脱液,浓缩至 1 mL,作为供试品溶液;同法制成缺党参阴性对照样品溶液。另取党参对照药材 1 g,加甲醇 25 mL,按供试品溶液的制备方法自“超声处理 45 min”起依法制备,制成对照药材溶液。吸取上述 3 种溶液各 6 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(7:1:0.5)为展开剂,展开,取

收稿日期:2007-11-08

作者简介:曲 佳(1981—),女,天津人,药师,2004 年毕业于天津中医学院中药系,现为天津大学在读硕士研究生,研究方向为药物分析与质量控制。Tel: (022)23374076 E-mail: qj4599@sina.com

出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰,结果见图1。在供试品色谱中,在与党参对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,置紫外光灯(365 nm)下检视,显相同颜色的荧光斑点,缺党参阴性对照样品均无相应的斑点。



1-党参对照药材 2-4-供试品 5-缺党参阴性对照
1-*Radix Codonopsis* reference drug 2-4-samples
5-negative sample without *Radix Codonopsis*

图1 温经丸中党参日光检视(A)和紫外光灯(365 nm)检视(B)的薄层色谱图

Fig. 1 TLC Chromatograms of *Radix Codonopsis* in Wenjing Pills in sunlight (A) and UV light (365 nm)

2.1.2 吴茱萸:取本品10 g,剪碎,加硅藻土5 g,研匀,加醋酸乙酯50 mL,超声处理45 min,滤过,滤液浓缩至2 mL,作为供试品溶液;同法制成缺吴茱萸阴性对照样品溶液。另取吴茱萸对照药材0.4 g,加醋酸乙酯10 mL,超声处理45 min,滤过,滤液浓缩至2 mL,作为对照药材溶液。再取吴茱萸碱对照品,加甲醇制成0.2 mg/mL的溶液,作为对照品溶液。吸取上述4种溶液各4 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-醋酸乙酯-甲醇-三乙胺(19:5:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇试液,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。结果见图2。在供试品色谱中,在与吴茱萸对照药材和吴茱萸碱对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,缺吴茱萸阴性对照样品无相应的斑点。

2.1.3 白术:取本品10 g,剪碎,加硅藻土5 g,研匀,加乙醚100 mL浸泡过夜,滤过,滤液挥干,残渣加醋酸乙酯2 mL使溶解,作为供试品溶液;同法制成缺白术阴性对照样品溶液。另取白术对照药材0.5 g,加乙醚2 mL浸泡过夜,滤过,滤液作为对照药材溶液。吸取上述3种溶液各6 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(50:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,105℃加热至斑点显色清晰。见图3。在供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,白术阴性对照样品无相应的斑点。



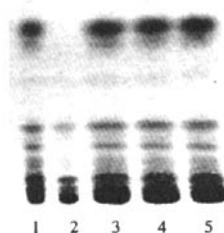
1~3-供试品 4-吴茱萸碱对照品 5-吴茱萸对照药材
6-缺吴茱萸阴性对照

1-3-samples 4-evodiamine reference substance
5-*Fructus Evodiae* reference substance

6-negative reference sample without *Fructus Evodiae*

图2 温经丸中吴茱萸的薄层色谱图

Fig. 2 TLC Chromatograms of *Fructus Evodiae* in Wenjing Pills

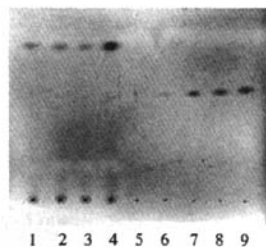


1-白术对照药材 2-缺白术阴性对照 3-5-供试品
1-*Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* reference substance
2-negative reference sample without *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* 3-5-samples

图3 温经丸中白术的薄层色谱图

Fig. 3 TLC Chromatograms of *Rhizoma Atractylodis Macrocephalae* in Wenjing Pills

2.2 乌头碱限量检查:取本品18 g,剪碎,加硅藻土10 g,研细,加浓氨试液15 mL使浸润,放置2 h,加乙醚50 mL,超声处理5 min,浸泡过夜,分取醚层,用少量乙醚分次洗涤容器和残渣,合并乙醚层与洗液,蒸干,加无水乙醇0.5 mL使溶解,作为供试品溶液;同法制成缺附子阴性对照样品溶液。另取乌头碱对照品适量,精密称定,加无水乙醇制成0.2、0.4、1 mg/mL溶液,作为对照品溶液。精密吸取供试品溶液、阴性对照样品溶液各10 μL,对照品溶液1 μL (0.2 mg/mL)、1 μL (0.4 mg/mL)、1.5、10 μL (1 mg/mL)分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯-乙醇(6.4:3.6:1)为展开剂^[1],置氨蒸气饱和的展开缸内,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铍钾试液,结果见图4。在供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,无相同颜色的斑点,阴性对照样品无相应的斑点。



1~3-供试品 4-缺附子阴性对照 5~9-乌头碱对照品
1-3-samples 4-negative reference sample without *Radix Aconiti*
Lateralis Praeparata 5-9-aconitine reference substance

图 4 温经丸中乌头碱限量检查的 TLC 图谱
Fig. 4 TLC Chromatograms of limit test
of aconitine in Wenjing Pills

2.3 桂皮醛的 HPLC 法测定

2.3.1 色谱条件:色谱柱为 Damonsil C₁₈ (250 mm×4.60 mm, 5 μm); 流动相:乙腈-0.01%磷酸溶液 (30:70); 检测波长:290 nm; 柱温:40 ℃; 体积流量:1.0 mL/min。理论板数按桂皮醛峰计算不低于 3 000。

2.3.2 对照品溶液的制备:取桂皮醛对照品适量,精密称定,加甲醇制成 30 μg/mL 的溶液,即得。

2.3.3 供试品溶液的制备:取本品适量,剪碎,取 2 g,精密称定,精密加入 75%甲醇 25 mL,称定质量,超声处理 45 min,放冷,再称定质量,用 75%甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.3.4 阴性对照样品溶液的制备:按处方配比,去除肉桂外的其他药味,按供试品溶液的制备项下方法制备,即得。

2.3.5 专属性试验:取对照品溶液、供试品溶液和阴性对照样品溶液进样分析,结果见图 5。阴性对照样品在与桂皮醛相对应保留时间处未见色谱峰,结果表明阴性样品对检测无干扰。

2.3.6 线性关系考察:取桂皮醛对照品适量,精密

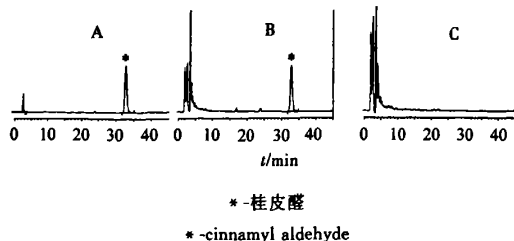


图 5 桂皮醛对照品(A)、温经丸(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 5 HPLC Chromatograms of cinnamyl aldehyde reference substance (A), Wenjin Pills (B), and negative reference sample (C)

称定,加甲醇制成 0.348 0 mg/mL 的溶液,作为储备液。分别精密量取 1、2、3、4、5 mL,置 25 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。分别精密吸取 10 μL,注入液相色谱中,以进样量对峰面积进行线性回归,得回归方程 $Y=1.157 1 \times 10^7 X-1.3404 \times 10^4$, $r=0.999 9$,结果表明桂皮醛进样量在 0.139 2~0.696 0 μg 与峰面积线性关系良好。

2.3.7 精密度试验:精密吸取供试品(批号:200601)溶液,重复进样 6 次,测定桂皮醛峰面积,计算得其 RSD 为 0.20%。

2.3.8 稳定性试验:精密吸取供试品(批号:200601)溶液,分别于 0、1、2、4、8、12 h 测定样品中桂皮醛峰面积,计算得其 RSD 为 0.51%,表明供试品溶液中在 12 h 内稳定。

2.3.9 重现性试验:取同一批号(批号:200601)样品 6 份,分别制备供试品溶液,进样测定,结果桂皮醛的平均质量分数为 0.304 6 mg/g, RSD 为 0.95%。

2.3.10 加样回收率试验:精密称取同一批样品(批号:200601)1 g,共 6 份,分别精密加入 13.92 μg/mL 桂皮醛对照品溶液 25 mL,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率,结果桂皮醛平均回收率为 97.32%, RSD 为 0.91%。

2.3.11 样品测定:取 3 个批号的样品,每批取 2 份,分别制备供试品溶液,进样测定,依法测定峰面积积分值,按外标法计算样品中桂皮醛的质量分数,结果见表 1。

表 1 温经丸中桂皮醛的测定结果 (n=2)

Table 1 Determination of cinnamyl aldehyde in Wenjing Pills (n=2)

批号	桂皮醛/(mg·g ⁻¹)
200601	2.74
200602	2.88
200603	2.79

3 讨论

《中国药典》2005 年版一部附子项下乌头碱限量中,供试品/乌头碱对照品为 6 mg/μg:1 mg/μg,18 g 本品(含附子为 0.29 g)为与药典中供试品/乌头碱对照品比例相当,供试品溶液质量浓度与对照品溶液的进样量均进行了调整,使供试品/乌头碱对照品为 5.8 mg/μg:1 mg/μg,结果 1 μg 乌头碱对照品斑点清晰,可作为乌头碱对照斑点。此外,对乌头碱限量检查中展开剂选择进行了摸索,曾以甲苯-醋酸乙酯-二乙胺(14:4:1)为展开剂,薄层色谱结

果显示,阴性样品有干扰,干扰的斑点来自吴茱萸药材。经改用正己烷-醋酸乙酯-乙醇(6.4:3.6:1)作为展开剂后,上述现象消失。

共选择50%甲醇、75%甲醇和甲醇3种提取溶剂提取,结果发现,用含有一定水的甲醇结果均高于甲醇的提取。由于本品为大蜜丸,用含有一定水的甲醇采用超声处理方式,易使本品溶散,使被测成分易于提出,故采用75%甲醇作为提取溶剂。实验中对桂皮醛提取时间进行了考察,分别超声处理30、45、60 min,结果超声45 min与60 min测得的结果基

本相同,因此将超声处理时间定为45 min。另实验中对桂皮醛提取溶剂用量(20、25、50 mL)亦进行了考察,溶剂用量为25 mL时样品中桂皮醛提取完全,故提取溶剂用量定为25 mL。

报道选择乙腈-水(35:75)^[2],实验发现,桂皮醛色谱峰有拖尾现象,经加入一定磷酸后,色谱峰拖尾现象消失。

参考文献:

- [1] 刘训红,王玉玺,房克慧,等. 中药材薄层色谱鉴别[M]. 天津:天津科学技术出版社,1990.
- [2] 中国药典[S]. 一部. 2005.

正交试验优选桂枝茯苓丸处方药材的提取工艺

朱燕飞,楼 英,钱建明

(诸暨市人民医院,浙江 诸暨 311800)

摘 要:目的 筛选并优化桂枝茯苓丸的提取工艺。方法 以正交设计多指标优化提取工艺条件,HPLC法测定各味药材有效成分,确定最佳提取工艺。结果 桂枝和牡丹皮以加6倍量的90%乙醇提取2次,每次2 h, A₃B₁C₃为最佳提取工艺路线;赤芍、桃仁和茯苓以水提取,桃仁捣碎沸下,加6倍量水提取2次,每次1 h为最佳提取工艺路线。结论 优化得到的提取工艺合理、稳定、可行,工艺设计科学合理,提取效率高,适用于工业化生产。

关键词:桂枝茯苓丸;桂枝;牡丹皮;正交试验;高效液相色谱

中图分类号:R286.2

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)09-1338-04

桂枝茯苓丸方出自汉代医圣张仲景《金匱要略·妇人妊娠病脉证并治》,由桂枝、茯苓、赤芍、牡丹皮、桃仁组成,具有活血,化瘀,消癥的作用,用于妇人宿有癥块,或血瘀经闭,行经腹痛,产后恶露不尽。原方制法工艺为生药材粉碎成细粉,加炼蜜制成蜜丸后入药,生产工艺落后,服用量大,服用不方便。为了去除原方中的无效成分,富集浓缩有效成分,本实验对桂枝茯苓丸处方药材的提取工艺进行了改进研究,使之符合现代生产工艺的要求,为进一步合理开发桂枝茯苓丸提供参考。

1 仪器与试药

LC-10AT 高效液相色谱仪(配置为双泵、紫外检测器,日本岛津),UV-1700 型紫外分光光度计(日本岛津),N2000 色谱工作站(浙江大学信息工程研究所),TG328A 型电光分析天平(上海分析天平厂)。

处方中药材均由本院中药房提供,经鉴定合格。桂皮醛(批号060110)、丹皮酚(批号060301)对照品

均由中国药品生物制品检定所提供。甲醇、乙腈为色谱纯,水为亚沸水,冰醋酸等其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 提取工艺路线的选择:桂枝茯苓丸原采用生药打粉入药,炼蜜制丸,服用剂量大,且生药材难以消化和吸收。工艺改进依据各药材有效成分的溶解性质,选择适宜溶媒。桂枝和牡丹皮含有挥发性成分较多,宜醇提;赤芍、桃仁含苷类成分,宜水提;茯苓按传统工艺宜采取水提。所以在设计时将5味药分为两步,一是以乙醇为溶媒提取桂枝和牡丹皮;另一一是以水为提取溶媒提取赤芍、桃仁和茯苓。

2.2 桂枝、牡丹皮的提取工艺研究

2.2.1 桂皮醛、丹皮酚的 HPLC 法测定^[1,2]:色谱条件为 Shim-Pack VP-ODS 色谱柱(150 mm×4.6 mm)(日本岛津),以乙腈-水-冰醋酸(42:58:0.8)为流动相,检测波长为280 nm(桂皮醛 $\lambda_{\max}$ =285 nm,丹皮酚 $\lambda_{\max}$ =274 nm)。

标准曲线的制备:取桂皮醛、丹皮酚对照品适

温经丸质量标准研究

作者: [曲佳](#), [车景超](#), [李艳玉](#), [吕曙华](#)
作者单位: [曲佳](#)(天津大学药物科学与技术学院, 天津, 300072;天津市药品检验所, 天津, 300070), [车景超](#)(广西中医学院, 研究生部, 广西, 南宁, 570001), [李艳玉](#)(天津中新药业集团股份有限公司达仁堂制药厂, 天津, 300457), [吕曙华](#)(天津市药品检验所, 天津, 300070)
刊名: [中草药](#) **ISTIC** **PKU**
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2008, 39(9)

参考文献(2条)

1. [刘训红](#); [王玉玺](#); [房克慧](#) [中药材薄层色谱鉴别](#) 1990
2. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005

本文读者也读过(10条)

1. [王淑红](#). [宋潇潇](#). [熊英](#). [WANG Shu-hong](#). [SONG Xiao-xiao](#). [XIONG Ying](#) [党参固本丸的薄层色谱鉴别](#)[期刊论文]-[今日药学](#)2008, 18(5)
2. [丁光磊](#). [郭红英](#) [丹参浸膏提取工艺改进](#)[期刊论文]-[安徽医药](#)2003, 7(2)
3. [王福宏](#). [田原](#). [关开](#) [强心宁合剂质量标准研究](#)[期刊论文]-[辽宁中医药大学学报](#)2007, 9(3)
4. [秦海军](#). [刘永](#). [田军](#). [杨士友](#). [QIN Hai-jun](#). [LIU Yong](#). [TIAN Jun](#). [YANG Shi-you](#) [柴附消乳颗粒提取工艺的实验研究](#)[期刊论文]-[安徽医药](#)2011, 15(2)
5. [孙玲](#). [戚敏](#). [钟华凤](#) [桂附地黄丸中乌头碱限量检查方法研究](#)[期刊论文]-[齐鲁药事](#)2004, 23(5)
6. [孔祥臣](#). [王力](#). [沈洪宽](#). [KONG Xiang-chen](#). [WANG Li](#). [SHEN Hong-kuan](#) [祛风通痹胶囊质量标准研究](#)[期刊论文]-[中国实用医药](#)2009, 4(15)
7. [费建红](#). [宋炳生](#). [陈安兰](#) [双乌止痛酊的质量控制](#)[期刊论文]-[中草药](#)2002, 33(12)
8. [方芳](#). [周雯宇](#) [人参木瓜酒的薄层色谱鉴别及乌头碱限量](#)[期刊论文]-[中国中医药咨讯](#)2010, 02(13)
9. [李耀荣](#). [徐青青](#). [莫玉芳](#). [陈芳](#) [益气通鼻颗粒中白术鉴别方法探讨](#)[期刊论文]-[中国药业](#)2009, 18(24)
10. [王峰](#). [蒋俊春](#) [枳术解郁胶囊薄层色谱鉴别方法](#)[期刊论文]-[中国中医药现代远程教育](#)2010, 8(8)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200809019.aspx