

藏药酸藤果的质量标准研究

邢洁^{1*},孔倩倩²(1.中山市人民医院药学部,广东中山 528403;2.山东明仁福瑞达制药股份有限公司,济南 250104)

中图分类号 R284.1;R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)21-3009-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.21.43

摘要 目的:建立藏药酸藤果的质量标准。方法:采用薄层色谱法(TLC)对药材进行定性鉴别。采用高效液相色谱法(HPLC)测定药材中酸藤果素的含量;色谱柱为 Waters C₁₈,流动相为甲醇-5%甲酸(90:10, V/V),流速为 0.9 ml/min,检测波长为 288 nm,柱温为 40 ℃,进样量为 10 μl。结果:酸藤果的 TLC 图斑点清晰、分离度好。酸藤果素检测质量浓度线性范围为 4.012~40.12 μg/ml ($r=0.9994$);精密性、稳定性、重复性试验的 RSD<2%;加样回收率为 96.54%~99.57% (RSD=1.20%, $n=6$)。结论:该研究所建标准可用于酸藤果的质量控制。

关键词 酸藤果;薄层色谱法;高效液相色谱法;质量标准

Study on the Quality Standard of *Embelia laeta*

XING Jie¹, KONG Qianqian² (1. Dept. of Pharmacy, Zhongshan Municipal People's Hospital, Guangdong Zhongshan 528403, China; 2. Shandong Mingren Freda Pharm. Co., Ltd., Jinan 250104, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the quality standard for *Embelia laeta*. METHODS: TLC was adopted for the qualitative identification. HPLC was adopted for the content determination of embelin: the column was Waters C₁₈ with mobile phase consisted of methanol-5% methanoic acid (90:10, V/V) at a flow rate of 0.9 ml/min, the detection wavelength was 288 nm, the column temperature was 40 ℃, and the injection volume was 10 μl. RESULTS: The TLC of *E. laeta* showed clear spots and good separation. The linear range of embelin was 4.012-40.12 μg/ml ($r=0.9994$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2%; recovery was 96.54%-99.57% (RSD=1.20%, $n=6$). CONCLUSIONS: The established standard can be used for the quality control of *E. laeta*.

KEYWORDS *Embelia laeta*; TLC; HPLC; Quality standard

酸藤果 *Embelia laeta* 为紫金牛科植物叶酸藤果 *E. oblongifolia* Hemsl. 的干燥成熟果实^[1]。民间多以其根部入药,用于妇女闭经、跌打损伤等,而藏族多用其秋季成熟果实入药,常用于杀虫、提升胃温等^[2-3]。有多种藏药制剂均以酸藤果为主药,如复方酸藤消痔胶囊、复方藤果痔疮栓等。其质量标准现在执行藏药部颁标准 WS_{3-BC-0118-95^[1],但该标准仅介绍了一种理化鉴别方法,专属性强,不能全面控制药材质量,使其资源有效利用受到限制。为确立藏药酸藤果的质量标准,本试验采用薄层色谱法(TLC)对其进行定性鉴别,并采用高效液相色谱法(HPLC)对其中的酸藤果素进行含量测定。}

1 材料

1.1 仪器

LC-450 型 HPLC 仪(包括 LC-20AT 泵、SPD-M20A 检测

器、SIL-20A 进样器)、AUW220D 电子天平(日本 Shimadzu 公司);KQ-300B 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

1.2 试剂

酸藤果素对照品(山东金诃药物研究开发有限公司,批号:20151101,纯度>99.0%);酸藤果对照药材(金诃藏药股份有限公司,批号:20150101);硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂);甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

1.3 药材

药材在广西省玉林市郊区采集,共计 3 批(批号:20150703、20150708、20150730),经青海省藏医院尼玛教授鉴定为真品。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别^[4-5]

取样品粉末 0.5 g,加 95% 乙醇 10 ml,超声(功率:120 W,

[1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2015 年版.北京:中国医药科技出版社,2015:309.

[2] 马威,方莹.BP 网络模型在财务危机预警中的应用[J].财会月刊,2009,5(6):51.

[3] 杨旭辉,朱敏恒,吴越.植物源性天然抗氧化成分研究进展[J].农垦医学,2004,26(4):298.

[4] 王璟,吴小燕,姚涛.麦芽醇对缺血性急性肾功能衰竭的影响[J].武汉大学学报:医学版,2010,31(4):514.

[5] 吴彩霞,刘红丽,卢素格,等.固相萃取法与水蒸气蒸馏法提取蜘蛛香挥发油成分的比较[J].中国药房,2008,19(12):918.

[6] 王洁,杨志玲,杨旭,等.不同花期厚朴雌雄蕊和花瓣香气组成成分的分析 and 比较[J].植物资源与环境学报,2011,20(4):42.

[7] 陶翠.油樟叶提取物的抗菌、镇痛和抗炎活性及其作用机理研究[D].雅安:四川农业大学,2011.

(收稿日期:2015-12-15 修回日期:2016-04-11)

(编辑:张静)

* 主管药师。研究方向:医院药学。电话:0760-89880373

频率:40 kHz,下同)处理30 min,滤过,取续滤液作为供试品溶液。另取酸藤果对照药材0.5 g,按上述供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按TLC法[2015年版《中国药典》(四部)]试验,吸取上述2种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(30~60℃)-环己烷-丙酮(10:3:1, V/V/V)为展开剂,置于氨蒸气饱和的展开缸内,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液显色,于105℃下加热至斑点清晰,置日光下检视。结果,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,详见图1。

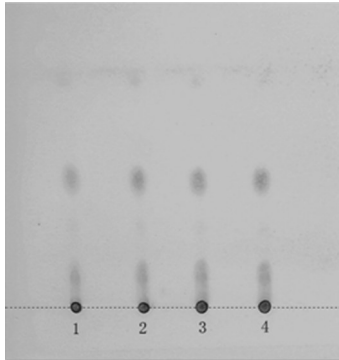


图1 酸藤果的薄层色谱图

1.对照药材;2~4.供试品

Fig 1 TLC chromatograms of *E. laeta*

1.reference substance; 2-4. test samples

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件^[6] 色谱柱:Waters C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-5%甲酸(90:10, V/V);流速:0.9 ml/min;检测波长:288 nm;柱温:40℃;进样量:10 μl。

2.2.2 对照品溶液的制备^[8] 精密称取酸藤果素对照品适量,置于棕色量瓶中,加95%乙醇溶解,制成质量浓度为40.12 μg/ml的酸藤果素对照品贮备液。精密量取上述对照品贮备液10 ml,置于20 ml棕色量瓶中,加95%乙醇定容,得质量浓度为20.06 μg/ml的酸藤果素对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 取样品粉末2 g,置于密闭遮光的锥形容器中,精密加入95%乙醇50 ml,密封,称定质量,超声处理30 min,中间时时振摇,保证溶液超声充分,且不挥发。超声完后需放冷,再次称定质量,用95%乙醇补足缺失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 系统适用性试验 取“2.2.2”“2.2.3”项下对照品溶液、供试品溶液适量,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱,详见图2。结果,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上检出酸藤果素色谱峰,主峰分离度较好,分离度>1.5,峰形好,理论板数>3 000。

2.2.5 线性关系考察 分别精密量取“2.2.2”项下对照品贮备液1、3、5、8、10 ml,置于10 ml量瓶中,加95%乙醇定容,制成系列对照品溶液。精密量取上述系列对照品溶液各10 μl,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以酸藤果素质量浓度(x, μg/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程为 $y=20\ 439x-10\ 563$ ($r=0.999\ 4$)。结果表明,酸藤果素检测质量浓度线性范围为4.012~40.12 μg/ml。

2.2.6 精密度试验 取“2.2.2”项下对照品溶液适量,按“2.2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,酸藤果素峰面积的RSD=1.22%($n=6$),表明仪器精密度良好。

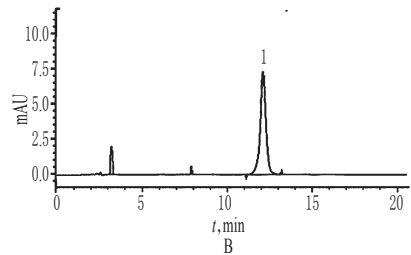
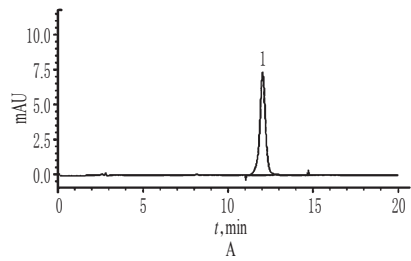


图2 高效液相色谱图

A.对照品;B.供试品;1.酸藤果素

Fig 2 HPLC chromatograms

A.reference substance; B.test sample; 1.embelin

2.2.7 稳定性试验 取“2.2.3”项下供试品溶液(批号:20150703)适量,分别于室温下放置0、1、2、4、6、8 h时按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,酸藤果素峰面积的RSD=0.55%($n=6$),表明供试品溶液在室温放置8 h内基本稳定。

2.2.8 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:20150703)适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算含量。结果,酸藤果素含量平均值为0.530 mg/g, RSD=0.63%($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.2.9 加样回收率试验 取已知含量样品(批号:20150703)6份,每份1 g,分别加入一定质量的酸藤果素对照品,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定并计算加样回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验结果($n=6$)

Tab 1 Results of recovery tests($n=6$)

| 称样量/g | 样品含量/mg | 加入量/mg | 测得量/mg | 加样回收率/% | 平均加样回收率/% | RSD/% |
|---------|---------|---------|---------|---------|-----------|-------|
| 1.002 1 | 0.531 1 | 0.401 2 | 0.919 3 | 96.77 | 97.22 | 1.20 |
| 1.028 3 | 0.545 0 | 0.401 2 | 0.934 2 | 97.02 | | |
| 1.088 6 | 0.577 0 | 0.401 2 | 0.964 3 | 96.54 | | |
| 1.049 2 | 0.556 1 | 0.401 2 | 0.943 7 | 96.61 | | |
| 1.076 1 | 0.570 3 | 0.401 2 | 0.958 8 | 96.83 | | |
| 1.101 3 | 0.583 7 | 0.401 2 | 0.983 2 | 99.57 | | |

2.2.10 样品含量测定 取3批样品各适量,分别按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定并计算样品含量,结果见表2。

表2 样品含量测定结果($n=3$)

Tab 2 Results of contents determination of samples($n=3$)

| 样品批号 | 酸藤果素含量/mg/g | 平均含量/mg/g |
|----------|-------------|-----------|
| 20150201 | 0.533 | 0.497 |
| 20150202 | 0.522 | |
| 20150203 | 0.435 | |

3 讨论

使用紫外检测器对主峰进行扫描,结果显示在210和288 nm波长处均有最大吸收,而使用288 nm作为检测波长时,杂质峰较少,主峰清晰,且与其他峰分离良好。故选择288 nm作

对临床实习生进行合理用药知识教育和技能培训的探索^Δ

常春^{1*},汪恒²,沈宁¹,孙永昌¹,朱红[#],贺蓓¹(1.北京大学第三医院呼吸科,北京 100191;2.北京大学第三医院教育处,北京 100191)

中图分类号 G642 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)21-3011-03
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.21.44

摘要 目的:为提高临床实习生合理用药的知识和技能提供参考。方法:我院呼吸科通过采用参与式教学培训法和临床药师参与临床实习生的教学查房等方式,对临床实习生进行合理用药知识教育和技能培训,具体包括讲授合理用药的理论知识,培训其开具合理处方的能力和评判药品信息的能力;引导其参与对患者合理用药的教育。并对其实习阶段合理用药知识和技能水平进行考核。结果与结论:在实习阶段对临床实习生开展合理用药专项教育培训,提高其对合理用药知识和技能的掌握程度,增强其合理用药意识和观念,有利于医学生毕业后在临床实践中实现合理用药,提高整体医疗服务质量。但该方面工作目前还有许多不足,仍需继续探索。

关键词 临床医学学生;实习;合理用药;知识教育;技能培训

Exploration of Training of Rational Drug Use Knowledge and Skills for Clinical Medical Students in the Internship Period

CHANG Chun¹, WANG Heng², SHEN Ning¹, SUN Yongchang¹, ZHU Hong¹, HE Bei¹(1.Dept. of Respiratory, the Third Hospital of Peking University, Beijing 100191, China; 2.Dept. of Education, the Third Hospital of Peking University, Beijing 100191, China)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To provide reference for improving the education of rational drug use and skills for clinical medical students in the internship period. **METHODS:** Teachers in the respiratory department of our hospital took part in training interns and clinical pharmacists took part in teaching rounds to train about medication education and skills, including linking up the theoretical knowledge of rational drug use, training of skills about issuing rational prescriptions and judging drug information, guiding to participate in the education of rational use of drugs to patients and evaluating the knowledge and skill of rational drug use. **RESULTS & CONCLUSIONS:** Carrying out rational drug use education in practice will improve the mastery of knowledge of rational drug use, enhance the awareness of rational drug use and the idea, which is helpful for achieving the irrational drug use in clinical practice, and improve the overall quality of medical services. but there still remain some problems to be explored.

KEYWORDS Clinical medical students in the internship period; Intern; Rational drug use; Education; Training of skills

为本试验的检测波长。

使用纯甲醇-水体系和乙腈-水体系进行方法摸索,结果均不理想。进一步试验发现,加入5%甲酸后主成分峰峰形较好,且杂质干扰较少,可作为流动相,并通过摸索选择最合适的流动相比比例为甲醇-5%甲酸(90:10, V/V),同时使用0.9 ml/min为流速。此时,主成分峰保留时间约为12 min,与其他相邻色谱峰的分度度>1.5,分离效果最好。

本研究建立了藏族习用药材酸藤果的TLC定性鉴别方法和酸藤果素的HPLC定量测定方法。其中,TLC鉴别斑点清晰、分离度好,HPLC含量测定方法简便、准确,回收率、重复性均符合要求,可用于酸藤果的质量控制,并可为更好地开发利用酸藤果药材资源提供理论依据。

参考文献

[1] 国家药典委员会.中华人民共和国卫生部药品标准:藏

药:第一册[S].北京:化学工业出版社,1995:120.

- [2] 杨林军,黄文平,黎田儿,等.酸藤子属植物的研究进展[J].中药材,2015,38(8):1761.
- [3] 林鹏程,李帅,王素娟,等.白花酸藤果中苯酚类化学成分的研究[J].中草药,2006,37(6):818.
- [4] 梁臣艳,梁雁,蔡毅,等.酸藤子的生药学鉴别[J].华西药理学杂志,2013,28(1):62.
- [5] 梁臣艳,韦楠,甄汉深,等.酸藤子化学成分的初步研究[J].安徽农业科学,2011,39(19):11441.
- [6] 廖彭莹,李兵,蔡少芳,等.酸藤子脂肪酸类成分的GC-MS研究[J].中国药房,2012,23(11):1027.
- [7] 冯旭,李耀华,梁臣艳,等.酸藤子化学成分研究[J].中药材,2013,36(12):1947.
- [8] 朱春健,郁梅,柳冬梅,等.高效液相色谱法测定活血复脉合剂中原儿茶醛的含量[J].中国新药与临床杂志,2013,32(11):921.

(收稿日期:2016-01-20 修回日期:2016-03-31)

(编辑:张静)

Δ 基金项目:北京大学第三医院教学研究课题(No.2016bysyjxkt 15)

* 副主任医师,博士。研究方向:哮喘、慢性阻塞性肺疾病。

E-mail:doudou_1977@163.com

通信作者:主任医师。研究方向:哮喘、慢性阻塞性肺疾病、间质性肺病。E-mail:zhuhong_bysy@163.com