

骨痹止痛液的质量标准提高研究[△]

李喜香*, 李兴勇, 包强, 王雪梅(甘肃省中医院, 兰州 730050)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)09-1249-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.09.27

摘要 目的:提高骨痹止痛液的质量标准。方法:采用薄层色谱法(TLC)对制剂中独活、羌活、木香、厚朴进行定性鉴别;采用高效液相色谱法测定制剂中欧前胡素、桂皮醛的含量;色谱柱为 Waters Symmetry Shield RP-C₁₈, 流动相为甲醇-水(60:40, V/V, 欧前胡素)、甲醇-水(35:65, V/V, 桂皮醛), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 254 nm(欧前胡素)、290 nm(桂皮醛), 柱温为 25 ℃, 进样量为 20 μL。结果:独活、羌活、木香、厚朴的 TLC 图斑点清晰, 分离度好, 阴性对照无干扰。欧前胡素、桂皮醛检测质量浓度线性范围分别为 3.0~30.0 μg/mL($r=0.999\ 8$)、3.978~39.78 μg/mL($r=0.999\ 9$);精密性、稳定性、重复性试验的 RSD<2.0%;加样回收率分别为 96.94%~102.64%(RSD=2.37%, $n=6$)、96.78%~99.53%(RSD=1.00%, $n=6$)。结论:提高的标准能更加有效地控制

计算待测成分的含量, 结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果($n=3$, mg/g)

Tab 3 Results of contents determination of sample ($n=3$, mg/g)

样品批号	绿原酸	栀子苷	龙胆苦苷	黄芩苷	盐酸小檗碱	大黄酚
20140703	0.178 1	1.891 0	1.520 4	2.187 7	3.825 1	0.066 4
20150407	0.183 2	1.892 4	1.511 5	2.189 7	3.834 1	0.060 0
20140902	0.177 6	1.893 2	1.518 3	2.184 0	3.829 8	0.063 7

3 讨论

3.1 阴性对照的确定

由于黄芩和菊花均含有黄芩苷^[7]、大黄和决明子均含有大黄酚^[8]、菊花和栀子均含有绿原酸^[9], 所以黄芩苷的阴性对照色谱去掉了黄芩和菊花药材, 大黄酚的阴性对照色谱去掉了大黄和决明子药材, 绿原酸的阴性对照色谱去掉了菊花和栀子, 以免干扰测定。

3.2 流动相的选择

关于流动相的选择, 本课题组考察了乙腈-0.1%磷酸溶液和甲醇-磷酸溶液^[10-12]。结果, 以甲醇-磷酸溶液为流动相按药典方法进行等度洗脱时, 绿原酸和栀子苷分离效果不好; 以乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相时, 各待测成分的分离度均达到要求。因此, 本试验选择乙腈-0.1%磷酸溶液为流动相。

3.3 检测波长的选择

笔者采用二极管阵列检测器在 190~390 nm 波长范围内进行扫描, 发现大黄酚的最大吸收波长为 254 nm, 栀子苷、龙胆苦苷、黄芩苷、盐酸小檗碱在 254 nm 波长下也均有较强吸收; 而绿原酸在 254 nm 波长下出峰不合格, 有杂质峰干扰, 在 327 nm 波长下吸收最大。因此, 选择本试验的检测波长为 254 nm(栀子苷、龙胆苦苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、大黄酚)、327 nm(绿原酸)。

[△]基金项目:甘肃省中医药科学技术研究课题(No.GZK-2012-45)

*主任中药师, 硕士生导师。研究方向:中药制剂工艺。E-mail:lixixiang929@163.com

综上所述, 本方法操作简便、结果准确、重复性好, 可用于龙泽熊胆胶囊中绿原酸、栀子苷、龙胆苦苷、黄芩苷、盐酸小檗碱、大黄酚含量的同时测定。

参考文献

- [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:768-769.
- [2] 王晓阳, 姜淑芳. 熊胆丸治疗老年性白内障初期 125 例 210 眼报告[J]. 安徽中医临床杂志, 2003, 15(2):117-118.
- [3] 邓茂芝, 赵常军, 彭雪芬. 熊胆丸定性定量方法的研究[J]. 药物分析杂志, 2012, 32(1):127-131.
- [4] 段志红. 熊胆丸的质量控制及指纹图谱研究[D]. 天津:天津大学, 2003.
- [5] 雷玉萍, 李瑞莲. 反相高效液相色谱法测定熊胆丸中龙胆苦苷的含量[J]. 中南药学, 2004, 2(1):20-21.
- [6] 魏尊喜. HPLC 测定熊胆丸中大黄素、大黄酚的含量[J]. 中成药, 2007, 29(9):10005-10007.
- [7] 袁琦, 赵辉, 蒲晓辉, 等. HPLC 法同时测定菊花中绿原酸、黄芩苷和槲皮素的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2014, 31(2):112-115.
- [8] 王淑红, 杨春娟, 刘璐. HPLC 测定决明子中 6 种游离蒽醌含量[J]. 哈尔滨医科大学学报, 2015, 49(1):22-26.
- [9] 郝乘仪, 冯波, 郭淑英, 等. 黄连上清片中 9 种成分的 HPLC 波长切换法测定[J]. 中国医药工业杂志, 2015, 46(9):995-998.
- [10] 师永清. 双波长 HPLC 同时测定熊胆丸中栀子苷和黄芩苷的含量[J]. 中国现代应用药学, 2011, 28(8):762-765.
- [11] 周越, 陈建伟. HPLC 法同时测定儿泻停糖浆中黄芩苷、盐酸小檗碱、葛根素的含量[J]. 中国药房, 2016, 27(3):394-396.
- [12] 王瑞娜, 孙耀志, 高松, 等. HPLC 波长切换法同时测定安神解虑颗粒中 4 种成分[J]. 中成药, 2015, 37(5):991-995.

(收稿日期:2016-07-14 修回日期:2016-12-01)

(编辑:刘柳)

骨痹止痛液的质量。

关键词 骨痹止痛液;欧前胡素;桂皮醛;薄层色谱法;高效液相色谱法;质量标准

Study on Improving the Quality Standard of Gubi Zhitong Liquor

LI Xixiang, LI Xingyong, BAO Qiang, WANG Xuemei (Gansu Provincial Hospital of Traditional Chinese Medicine, Lanzhou 730050, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To improve the quality standard for Guibi zhitong liquor. METHODS: TLC was used for the qualitative identification of *Radix angelicae*, *Notopterygium incisum*, *Radix Aucklandiae* and *Magnolia officinalis* in the preparation; HPLC was used for the contents determination of imperatorin and cinnamaldehyde: the column was Waters Symmetry Shield RP-C₁₈ with mobile phase of methanol-water for imperatorin (60:40, V/V) and methanol-water for cinnamaldehyde (35:65, V/V) at a flow rate of 1.0 mL/min, detection wavelength was 254 nm for imperatorin and 290 nm for cinnamaldehyde, column temperature was 25 °C, and the injection volume was 20 μL. RESULTS: The TLC spots of *R. angelicae*, *N. incisum*, *R. Aucklandiae* and *M. officinalis* were clear and well separated, negative control without interference. The linear range was 3.0-30.0 μg/mL for imperatorin ($r=0.999\ 8$) and 3.978-39.78 μg/mL for cinnamaldehyde ($r=0.999\ 9$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2.0%; recoveries were 96.94%-102.64% (RSD=2.37%, $n=6$) and 96.78%-99.53% (RSD=1.00%, $n=6$). CONCLUSIONS: The improved standard more effectively control the quality of the Guibi zhitong liquor.

KEYWORDS Guibi zhitong liquor; Imperatorin; Cinnamaldehyde; TLC; HPLC; Quality standard

骨痹止痛液是由白芷、肉桂、独活、羌活、木香、厚朴、当归、川芎等多味中药材经渗漉法制备的酒剂,既可内服,又可外用,是甘肃省中医院骨科协定处方(专利号:ZL201210296740.5),主要功能为活血止痛、祛风除湿,临床主要用于治疗跌打瘀滞、肿痛、风湿拘挛、四肢麻木、骨节酸痛等症,疗效确切。制剂中白芷主要成分为欧前胡素,其具有抗菌、解痉等药理作用^[1-2]。研究表明,肉桂中桂皮醛具有一定的抗菌、消炎、镇静、止痛、免疫调节等作用^[3-4]。该制剂现有的质量控制方法以定性鉴别和卫生学检测为主,无含量测定等项目。为了加强该制剂的质量控制,更好地保证其临床疗效,本研究采用高效液相色谱法(HPLC)对制剂中欧前胡素和桂皮醛进行含量测定,同时分别对独活、羌活、木香和厚朴进行薄层色谱(TLC)鉴别,使其质量可控性更强,检验标准更加完善。

1 材料

1.1 仪器

1525型HPLC仪,包括1525泵、717自动进样器、2487双通道紫外检测器(美国Waters公司);GOODLOOK-1000型全自动薄层成像系统(上海科哲生化科技有限公司);ZF-2型三用紫外分析仪(上海安亭电子仪器有限公司);FA1004型电子分析天平(上海良平仪器仪表有限公司);HWS-24型电热恒温水浴锅(上海齐欣科学仪器有限公司);KQ218型超声液清洗仪(昆山市超声仪器有限公司,功率:250 W,频率:40 kHz)。

1.2 药品与试剂

骨痹止痛液(甘肃省中医院制剂室自制,批号:20140305、20140421、20140513,规格:100 mL/瓶);欧前胡素对照品(批号:110825-200307,纯度:≥98%)、桂皮醛对照品(批号:110710-201418,纯度:99.45%)、独活对

照药材(批号:120940)、羌活对照药材(批号:121405)、木香对照药材(批号:121090)、厚朴对照药材(批号:121285)均购自中国食品药品检定研究院;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,水为纯净水。

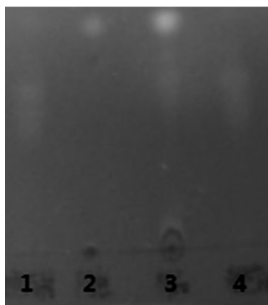
2 方法与结果

2.1 定性鉴别

2.1.1 独活 准确量取样品30 mL,水浴蒸干,残渣加适量水使溶解,加乙醚振荡提取2次(每次10 mL),合并乙醚液,蒸干,残渣加乙酸乙酯1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取独活对照药材粉末(过2号筛)1.0 g,加乙醚20 mL,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯1 mL使溶解,作为对照药材溶液。按骨痹止痛液处方和工艺制备缺独活的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按TLC法[2015年版《中国药典》(四部)]^[5]试验,吸取上述3种溶液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90 °C)-乙酸乙酯(7:3, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)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,阴性对照无干扰,详见图1。

2.1.2 羌活 准确量取样品30 mL,置于蒸发皿中,水浴蒸干,残渣加甲醇5 mL使溶解,作为供试品溶液。另取羌活对照药材粉末(过2号筛)1.0 g,加甲醇10 mL,超声处理20 min,静置,取上清液,作为对照药材溶液。按骨痹止痛液处方和工艺制成缺羌活的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按TLC法[2015年版《中国药典》(四部)]^[5]试验,吸取上述3种溶液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(4:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)

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,阴性对照无干扰,详见图2。

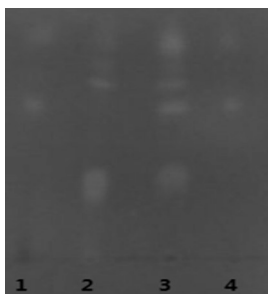


1, 4.对照药材;2.阴性对照;3.供试品

1, 4.reference medicinal herbs; 2.negative control; 3.test sample

图1 独活的薄层色谱图

Fig 1 TLC chromatograms of *Radix angelicae*



1, 4.对照药材;2.阴性对照;3.供试品

1, 4.reference medicinal herbs; 2.negative control; 3.test sample

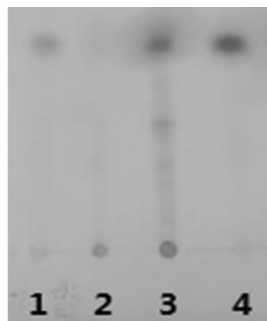
图2 羌活的薄层色谱图

Fig 2 TLC chromatograms of *Notopterygium incisum*

2.1.3 木香 准确量取样品 30 mL,置于蒸发皿中,水浴蒸干,残渣加甲醇 5 mL 使溶解,作为供试品溶液^[6]。另取木香对照药材粉末(过 2 号筛)1.0 g,加甲醇 10 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。按骨痹止痛液处方和工艺制备缺木香的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按 TLC 法[2015 年版《中国药典》(四部)]^[9]试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-丙酮(2:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷 1% 香草醛硫酸溶液,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,阴性对照无干扰,详见图 3。

2.1.4 厚朴 准确量取样品 30 mL,置于蒸发皿中,水浴蒸干,残渣加甲醇 5 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取厚朴对照药材粉末(过 2 号筛)1.0 g,加甲醇 10 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。按骨痹止痛液处方和工艺制备缺厚朴的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按 TLC 法[2015 年版《中国药典》(四部)]^[9]试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-甲醇(12:4:1, V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)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,阴性对照无干扰,详见图 4。

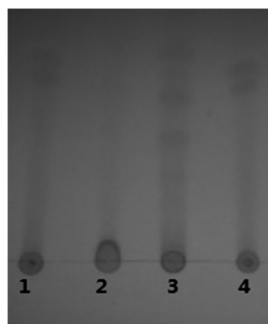


1.阴性对照;2, 4.对照药材;3.供试品

1.negative control; 2, 4.reference medicinal herbs; 3.test sample

图3 木香的薄层色谱图

Fig 3 TLC chromatograms of *Radix aucklandiae*



1, 4.对照药材;2.阴性对照;3.供试品

1, 4.reference medicinal herbs; 2.negative control; 3.test sample

图4 厚朴的薄层色谱图

Fig 4 TLC chromatograms of *Magnolia officinalis*

2.2 欧前胡素的含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱: Waters Symmetry Shield RP-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇-水(60:40, V/V); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 254 nm; 柱温: 25 $^{\circ}$ C; 进样量: 20 μ L^[7-8]。

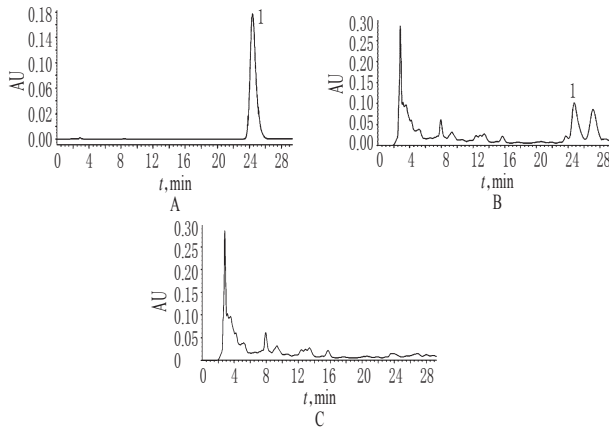
2.2.2 对照品溶液的制备 取欧前胡素对照品适量,精密称定,置于 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并定容,制成质量浓度为 0.030 0 mg/mL 的对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 准确量取样品 20 mL,置于蒸发皿中,蒸干,残渣加甲醇 5 mL 使溶解,置于 10 mL 量瓶中,加甲醇定容,经 0.45 μ m 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 按骨痹止痛液处方和工艺制备缺白芷的阴性样品,并按“2.2.3”项下方法制成阴性对照溶液。

2.2.5 专属性试验 取“2.2.2”“2.2.3”“2.2.4”项下对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 20 μ L,分别按“2.2.1”项下色谱条件进样测定。结果,阴性对照在欧前胡素相应保留时间处未见色谱峰,表明阴性对照对检测无干扰,详见图 5。

2.2.6 线性关系考察 分别精密量取“2.2.2”项下对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL,分别置于 10 mL 量瓶中,加甲醇定容,制成系列对照品溶液。精密量取上



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 欧前胡素

A. reference substances; B. test sample; C. negative control; 1. imperatorin

图5 欧前胡素的高效液相色谱图

Fig 5 HPLC chromatograms of imperatorin

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。以欧前胡素质量浓度($x, \mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归, 得欧前胡素回归方程为 $y = 35\,955x - 40\,615$ ($r = 0.999\,8$)。结果表明, 欧前胡素检测质量浓度线性范围为 $3.0 \sim 30.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.2.7 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, 欧前胡素峰面积的 $\text{RSD} = 1.28\%$ ($n = 6$), 表明仪器精密度良好。

2.2.8 稳定性试验 取“2.2.3”项下供试品溶液(批号: 20140305)适量, 分别于室温下放置 0、2、6、12、24 h 时按“2.2.1”项下色谱条件进样测定, 记录峰面积。结果, 欧前胡素峰面积的 $\text{RSD} = 0.73\%$ ($n = 5$), 表明供试品溶液在室温下放置 24 h 内基本稳定。

2.2.9 重复性试验 精密称取同一批样品(批号: 20140305)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。结果, 欧前胡素峰面积的 $\text{RSD} = 1.49\%$ ($n = 6$), 表明本方法重复性良好。

2.2.10 加样回收率试验 取已知含量样品(批号: 20140305)适量, 共 6 份, 每份 5 mL, 分别加入一定质量的欧前胡素对照品, 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, 记录峰面积并计算加样回收率, 结果见表 1。

2.2.11 样品中欧前胡素含量测定 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, 记录峰面积并计算样品含量, 结果见表 2。

2.3 桂皮醛的含量测定

2.3.1 色谱条件 色谱柱: Waters Symmetry Shield RP- C_{18} (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水 (35: 65, V/V); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 290 nm; 柱温:

表 1 加样回收率试验结果 ($n = 6$)

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

待测成分	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, %
欧前胡素	0.071 9	0.072 0	0.145 8	102.64	99.14	2.37
	0.072 0	0.072 0	0.145 0	101.39		
	0.072 0	0.072 0	0.142 6	98.06		
	0.072 1	0.072 0	0.142 0	97.08		
	0.071 8	0.072 0	0.142 9	98.75		
	0.072 4	0.072 0	0.142 2	96.94		
桂皮醛	0.128 7	0.127 3	0.253 2	97.80	98.35	1.00
	0.128 7	0.127 3	0.254 9	99.14		
	0.128 4	0.127 3	0.255 1	99.53		
	0.128 1	0.127 3	0.253 5	98.51		
	0.128 0	0.127 3	0.253 2	98.35		
	0.128 8	0.127 3	0.252 0	96.78		

表 2 样品含量测定结果 ($n = 3, \mu\text{g}/\text{mL}$)

Tab 3 Results of contents determination of samples ($n = 3, \mu\text{g}/\text{mL}$)

样品批号	欧前胡素			桂皮醛		
	含量	平均含量	RSD, %	含量	平均含量	RSD, %
20140305	13.995	14.207	1.50	24.968	25.350	1.59
	14.422			25.311		
	14.203			25.772		
20140421	13.808	14.143	2.69	25.355	25.128	0.86
	14.558			24.922		
	14.063			25.108		
20140513	13.986	14.007	2.11	24.868	25.067	0.94
	14.315			25.329		
	13.723			25.005		

25 $^{\circ}\text{C}$, 进样量: 20 μL [9-10]。

2.3.2 对照品溶液的制备 取干燥至恒质量的桂皮醛对照品适量, 精密称定, 置于 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容, 制成质量浓度为 0.039 8 mg/mL 的对照品溶液。

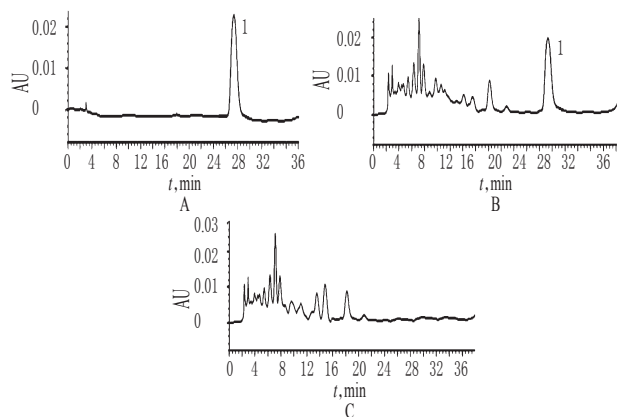
2.3.3 供试品溶液的制备 准确量取样品 20 mL, 置于蒸发皿中, 水浴蒸干, 残渣加甲醇使溶解, 置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇定容, 经 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.3.4 阴性对照溶液的制备 按骨痹止痛液处方和工艺制备缺肉桂的阴性样品, 并按“2.3.3”项下方法制备阴性对照溶液。

2.3.5 专属性试验 取“2.3.2”“2.3.3”“2.3.4”项下对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 20 μL , 按“2.3.1”项下色谱条件进样测定。结果, 阴性对照在桂皮醛相应保留时间处未见色谱峰, 表明阴性对照对检测无干扰, 详见图 6。

2.3.6 线性关系考察 分别精密量取“2.3.2”项下对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL, 分别置于 10 mL 量瓶中, 加甲醇定容, 制成系列对照品溶液。精密量取上述系列对照品溶液各 20 μL , 按“2.3.1”项下色谱条件进样测定, 记录峰面积。以桂皮醛质量浓度($x, \mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归, 得桂皮醛回归方程为 $y = 12\,072x + 38\,495$ ($r = 0.999\,9$)。结果表明,

桂皮醛检测质量浓度线性范围为3.978~39.78 μg/mL。



A.对照品;B.供试品;C.阴性对照;1.桂皮醛

A.reference substances;B.test sample;C.negative control;1.cinnamaldehyde

图6 桂皮醛的高效液相色谱图

Fig 6 HPLC chromatograms of cinnamaldehyde

2.3.7 精密度试验 取“2.3.2”项下对照品溶液适量,按“2.3.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,桂皮醛峰面积的RSD=0.86% (n=6),表明仪器精密度良好。

2.3.8 稳定性试验 取“2.3.3”项下供试品溶液(批号:20140305)适量,分别于室温下放置0、2、6、12、24 h时按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,桂皮醛峰面积的RSD=0.81% (n=5),表明供试品溶液在室温下放置24 h内基本稳定。

2.3.9 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:20140305)适量,按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,桂皮醛峰面积的RSD=1.14% (n=6),表明本方法重复性良好。

2.3.10 加样回收率试验 取已知含量样品(批号:20140305)适量,共6份,分别加入一定质量的桂皮醛对照品,按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算加样回收率,结果见表1。

2.3.11 样品中桂皮醛含量测定 取3批样品各适量,分别按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算样品含量,结果见表2。

3 讨论

在TLC鉴别中,笔者借鉴2015年版《中国药典》的TLC法,并在此基础上不断改进,调整试验条件,最终以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(7:3, V/V)、三氯甲烷-甲

醇(4:1, V/V)、环己烷-丙酮(2:1, V/V)、环己烷-乙酸乙酯-甲醇(12:4:1, V/V/V)为展开剂分别鉴别独活、羌活、木香、厚朴,色谱分离良好,且阴性对照无干扰。

本试验骨痹止痛液处方药材种类较多,因此在特定波长下干扰峰较多,欧前胡素、桂皮醛响应值较低^[11-12],不能得到很好地分离。在200~400 nm范围内全波长扫描显示欧前胡素、桂皮醛供试品溶液在254、290 nm波长处吸收较好,可达基线分离,且响应值较高,故选择254、290 nm分别作为两者测定波长。

综上所述,本研究所提高的标准能更加有效地控制骨痹止痛液的质量。

参考文献

- [1] 何鸽飞,易爱纯,张顺芝.高效液相色谱法测定清眩片中欧前胡素和异欧前胡素的含量[J].中南药学,2010,8(1):30-32.
- [2] 杨芳,万丽,杨荣平,等.一测多评法测定元胡止痛胶囊中欧前胡素、异欧前胡素和延胡索乙素的含量[J].中国药房,2012,23(32):3046-3048.
- [3] 钟宇富,刘国洪,杜英娟.月乃汤中肉桂的鉴别及桂皮醛的含量测定[J].中外食品工业,2014,10(6):2931-2934.
- [4] 石鑫超,吴忌,王庆甫,等.桂皮醛对人膝关节滑膜成纤维细胞增殖的影响[J].中国中医骨伤科杂志,2014,32(9):3-5.
- [5] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:57.
- [6] 叶玉杰,熊富良,张惠民,等.易激胶囊质量标准研究[J].时珍国医国药,2007,18(5):1174-1176.
- [7] 代磊.HPLC法同时测定川芎茶调散中欧前胡素和异欧前胡素的含量[J].安徽医药,2013,17(9):1502-1504.
- [8] 万焱,马国柱,马素香.白芷中欧前胡素和异欧前胡素的含量测定[J].中医学报,2013,28(8):1178-1180.
- [9] 韩光仪,李雪燕,任一杰,等.高效液相色谱法测定香麻止痛喷雾剂中桂皮醛的含量[J].北方药学,2014,11(8):14-15.
- [10] 丁菊英,王晓娜,王晓坤.HPLC测定小二温里止泻贴剂中桂皮醛的含量[J].食品与药品,2014,16(3):210-212.
- [11] 吴国清,张家建,孙萍萍,等.RP-HPLC法测定止痛化痰搽剂中欧前胡素和细辛脂素的含量[J].中华中医药学刊,2014,32(2):402-404.
- [12] 蔡伊丽,周修森.HPLC法测定荨麻疹丸中欧前胡素的含量[J].中国中医药现代远程教育,2014,12(24):157-159.

(收稿日期:2016-04-22 修回日期:2016-07-11)

(编辑:张静)