

# 复视明胶囊的质量标准研究<sup>Δ</sup>

肖会敏<sup>1\*</sup>, 张 俏<sup>2</sup>, 何 悦<sup>1</sup>, 刘 洋<sup>3</sup>, 张明科<sup>4</sup>, 王四旺<sup>1#</sup>(1.第四军医大学药物研究所, 西安 710032; 2.陕西中药研究所/陕西省创新药物研究中心, 陕西 咸阳 712000; 3.陕西中医药大学药学院, 陕西 咸阳 712000; 4.西安乐健生物科技有限公司, 西安 710054)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)06-0749-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.06.07

**摘要** 目的:建立复视明胶囊的质量标准。方法:采用薄层色谱法(TLC)对制剂中蒙本内酯、橙黄决明素、大黄酚、枸杞子和水蛭进行定性鉴别。采用高效液相色谱法测定制剂中葛根素和人参皂苷Rb<sub>1</sub>的含量,色谱柱为Intersil C<sub>18</sub>,流动相为乙腈-0.3%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长为203 nm,柱温为25 ℃,进样量为10 μL。结果:蒙本内酯、橙黄决明素、大黄酚、枸杞子和水蛭的TLC图斑点清晰,分离度好,阴性对照无干扰。葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>检测质量浓度线性范围分别为10.56~337.92 μg/mL( $r=0.9997$ )、17.80~569.70 μg/mL( $r=0.9996$ );定量限分别为2.20、1.86 μg/mL,检测限分别为0.12、0.13 μg/mL;精密性、稳定性、重复性试验的RSD均小于2.0%;加样回收率分别为95.65%~99.66%(RSD=1.45%, $n=6$ )、96.95%~98.52%(RSD=0.77%, $n=6$ )。结论:所建质量标准可用于复视明胶囊的质量控制。

**关键词** 复视明胶囊;质量标准;薄层色谱法;高效液相色谱法;人参皂苷Rb<sub>1</sub>;葛根素

## Study on Quality Standard for Fushiming Capsule

XIAO Huimin<sup>1</sup>, ZHANG Qiao<sup>2</sup>, HE Yue<sup>1</sup>, LIU Yang<sup>3</sup>, ZHANG Mingke<sup>4</sup>, WANG Siwang<sup>1</sup>(1. Institute of Materia Medica, Fourth Military Medical University, Xi'an 710032, China; 2. Shaanxi Chinese Medicine Institute/Innovative Drug Research Center of Shaanxi Province, Shaanxi Xianyang 712000, China; 3. College of Pharmacy, Shaanxi University of TCM, Shaanxi Xianyang 712000, China; 4. Xi'an Lejian Biotechnology Co., Ltd., Xi'an 710054, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish quality standard of Fushiming capsule. METHODS: TLC was used to qualitatively identify the ligustilide, aurantio obtusin, chrysophanol, fruit of *Chinese wolfberry* and *Whitmania pigra*, respectively. HPLC method was used to determine the contents of puerarin and ginsenosides Rb<sub>1</sub>. The determination was performed on Intersil C<sub>18</sub> column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.3% phosphoric acid (gradient elution) at flow rate of 1.0 mL/min; the detection wavelength was set at 203 nm, and column temperature was 25 ℃; the sample size was 10 μL. RESULTS: TLC spots of ligustilide, aurantio obtusin, chrysophanol, the fruit of *C. wolfberry* and *W. pigra* were clear and well separated without negative interference. The linear range of puerarin and ginsenoside Rb<sub>1</sub> were 10.56-337.92 μg/mL( $r=0.9997$ ) and 17.80-569.70 μg/mL( $r=0.9996$ ). The limits of quantitation were 2.20, 1.86 μg/mL, and the limits of detection were 0.12, 0.13 μg/mL, respectively. RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 2.0%. The recoveries were 95.65%-99.66% (RSD=1.45%, $n=6$ ) and 96.95%-98.52% (RSD=0.77%, $n=6$ ), respectively. CONCLUSIONS: Established quality standard can be used for the quality control of Fushiming capsule.

**KEYWORDS** Fushiming capsule; Quality standard; TLC; HPLC; Ginsenosides Rb<sub>1</sub>; Puerarin

- 及其制备方法和抗肿瘤应用: 中国, CN103608341[P]. 2015-11-25.
- [8] 王晓锋. 二芳基叔胺类微管聚集抑制剂的发现、优化和生物评价[D]. 北京: 中国人民解放军军事医学科学院, 2012.
- [9] SIRISOMA N, PERVIN A, ZHANG H, et al. Discovery of *N*-(4-methoxyphenyl)-*N*, 2-dimethylquinazolin-4-amine,

Δ 基金项目: 陕西省科学技术厅社会发展科技攻关项目 (No.2016SF-349)

\* 副研究员, 硕士。研究方向: 中药新药。电话: 029-84772165。E-mail: xhm\_0908@163.com

# 通信作者: 教授, 博士生导师。研究方向: 分子中药。电话: 029-84772519。E-mail: xyjzxf@fmmu.edu.cn

a potent apoptosis inducer and efficacious anticancer agent with high blood brain barrier penetration[J]. *J Med Chem*, 2009, 52(8): 2341-2351.

- [10] BROXER S, FITZGERALD M A, SFOUGGATAKIS C, et al. The development of a robust process for a CRF1 receptor antagonist[J]. *Org Process Res Dev*, 2011, 15(2): 343-352.
- [11] RECK F, ALM RA, BRASSIL P, et al. Novel *N*-linked aminopiperidine inhibitors of bacterial topoisomerase type II with reduced pKa: antibacterial agents with an improved safety profile[J]. *J Med Chem*, 2012, 55(15): 6916-6933.

(收稿日期: 2017-11-16 修回日期: 2018-01-18)

(编辑: 陈 宏)

复视明胶囊由西洋参、葛根、黄芪、熟地黄、当归、决明子、红花、珍珠、葛根、枸杞子、水蛭、丝瓜络、桂枝等13味中药材组合而成,主治糖尿病引起的眼底视网膜病变。西洋参药材主要成分为人参皂苷Rb<sub>1</sub>、人参皂苷Rg<sub>1</sub>、人参皂苷Re等<sup>[1]</sup>,研究表明人参皂苷Rb<sub>1</sub>对人视网膜色素上皮细胞增生具有抑制作用,对模型大鼠视网膜神经节细胞具有保护作用<sup>[2]</sup>;黄芪药材可以治疗单纯性糖尿病视网膜病变<sup>[3]</sup>;葛根药材中的葛根素具有改善视网膜微循环的作用<sup>[4]</sup>;枸杞子药材对模型大鼠视网膜色素变性具有抑制作用,对视网膜神经节细胞有保护作用<sup>[5]</sup>;当归药材中的藁本内酯对早期糖尿病视网膜病变有改善作用<sup>[6]</sup>;决明子药材有保肝明目等作用<sup>[7]</sup>;水蛭药材对糖尿病模型大鼠视网膜微血管形态有改善作用<sup>[8]</sup>。基于此,笔者采用薄层色谱法(TLC)对制剂中藁本内酯、橙黄决明素、大黄酚、枸杞子和水蛭进行定性鉴别,采用高效液相色谱法(HPLC)测定制剂中葛根素和人参皂苷Rb<sub>1</sub>的含量,以为复视明胶囊质量控制标准的建立提供参考。

## 1 材料

### 1.1 仪器

LC-2010CHT型HPLC仪,包括自动进样系统、紫外检测器(日本Shimadzu公司);R200D型十万分之一电子分析天平(德国Sartorius公司);TM-B5002型台式天平(余姚市纪铭称重校验设备有限公司);KO-5200DE型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);TDZ5-WS型多管架自动平衡离心机(湖南赛特湘仪离心机仪器有限公司)。

### 1.2 药品与试剂

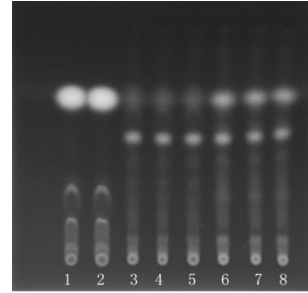
复视明胶囊(西安乐健生物科技有限公司,批号:20150801、20150802、20150803,规格:400 mg/粒);葛根素对照品(批号:110766-200417,纯度:96.0%)、人参皂苷Rb<sub>1</sub>对照品(批号:110704-201424,纯度:93.7%)、藁本内酯对照品(批号:111737-201407,纯度:100%)、橙黄决明素对照品(批号:111900-201404,纯度:98.3%)、大黄酚对照品(批号:110796-201420,纯度:99.2%)、枸杞子对照药材(批号:121072-201410)、水蛭对照药材(批号:121061-201305)均购自中国食品药品检定研究院;硅胶G薄层板、硅胶H薄层板(青岛裕民源硅胶试剂厂);乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

## 2 方法与结果

### 2.1 定性鉴别

**2.1.1 藁本内酯** 取样品内容物4 g,加乙醚50 mL,超声处理10 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。取藁本内酯对照品适量,加甲醇制成质量浓度为1 mg/mL的对照品溶液。按复视明胶囊处方和工艺制备缺当归的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四

部)TLC法<sup>[9]</sup>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,以正己烷-乙酸乙酯(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,在与对照品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。



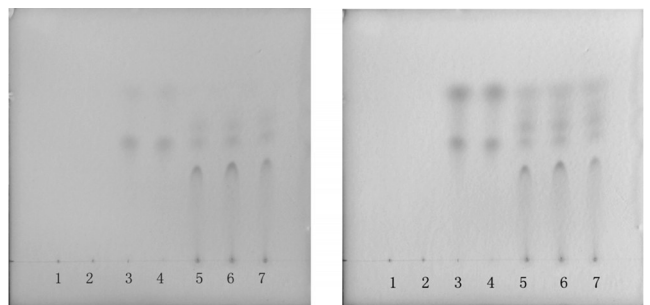
注:1~2.对照品;3~5.阴性对照;6~8.供试品

Note: 1-2. substance controls; 3-5. negative controls; 6-8. test samples

图1 藁本内酯的薄层色谱图

Fig 1 TLC chromatogram of ligustilide

**2.1.2 橙黄决明素和大黄酚** 取样品内容物5 g,加甲醇50 mL,超声处理15 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水20 mL使溶解,加盐酸2 mL,置水浴上加热30 min,立即冷却,用乙醚提取2次,每次30 mL,合并乙醚液,蒸干,残渣加三氯甲烷2 mL使溶解,作为供试品溶液。另取橙黄决明素、大黄酚对照品各适量,加无水乙醇-乙酸乙酯(2:1, V/V)制成橙黄决明素、大黄酚质量浓度均为1 mg/mL的混合对照品溶液。按复视明胶囊处方和工艺制备缺决明子的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法<sup>[9]</sup>试验,吸取上述3种溶液各2~5 μL,分别点于同一硅胶H薄层板上,以石油醚(30~60 ℃)-丙酮(2:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置日光灯下检视。结果,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰;经氨气熏蒸后,可见斑点变为亮黄色(橙黄决明素)和粉红色(大黄酚),详见图2。



A. 氨气熏蒸前

B. 氨气熏蒸后

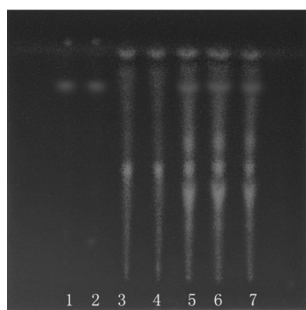
注:1~2.阴性对照;3.橙黄决明素对照品;4.大黄酚对照品;5~7.供试品

Note: 1-2. negative controls; 3. aurantio obtusin control; 4. chrysophanol control; 5-7. test samples

图2 橙黄决明素和大黄酚的薄层色谱图

Fig 2 TLC chromatogram of aurantio obtusin and chrysophanol

2.1.3 枸杞子 取样品内容物2 g,加水50 mL,超声(功率:250 W,频率:40 kHz,下同)处理15 min,以半径为12 cm、4 000 r/min离心5 min,取上清液,以乙酸乙酯30 mL振摇提取,分取乙酸乙酯层,浓缩至1 mL,作为供试品溶液。取枸杞子对照药材0.5 g,加水35 mL,加热煮沸15 min,放至室温,滤过,滤液用乙酸乙酯15 mL振摇提取,分取乙酸乙酯层,浓缩至1 mL,作为对照药材溶液。按复视明胶囊处方和工艺制备缺枸杞子的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法<sup>[9]</sup>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,以乙酸乙酯-三氯甲烷-甲酸(3:2:1, 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3。



注:1~2.对照药材;3~4.阴性对照;5~7.供试品  
Note: 1-2. reference substance; 3-4. negative control; 5-7. test samples

图3 枸杞子的薄层色谱图

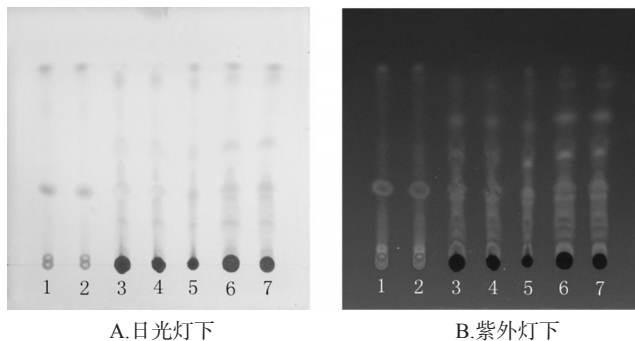
Fig 3 TLC chromatogram of the fruit of Chinese wolfberry

2.1.4 水蛭 取样品内容物10 g,加乙醇100 mL,超声处理15 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇2 mL使溶解,作为供试品溶液。取水蛭对照药材1 g,加乙醇5 mL,超声处理15 min,滤过,取滤液作为对照药材溶液。按复视明胶囊处方和工艺制备缺水蛭的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法<sup>[9]</sup>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,以环己烷-乙酸乙酯(4:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置日光和紫外光灯(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。

## 2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱: Intersil C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.3%磷酸溶液(B),梯度洗脱(0~25 min, 15% A→20% A; 25~60 min, 20% A→40% A; 60~70 min, 40% A→45% A);流速:1.0 mL/min;检测波长:203 nm;柱温:25 ℃;进样量:10 μL。

2.2.2 混合对照品溶液的制备 精密称取葛根素对照品8.8 mg、人参皂苷Rb<sub>1</sub>对照品15.2 mg,置于同一20 mL量瓶中,加70%甲醇溶液定容,摇匀,即得。



A.日光灯下  
B.紫外灯下  
注:1~2.对照药材;3~4.阴性对照;5~7.供试品

Note: 1-2. reference substance; 3-4. negative control; 5-7. test samples

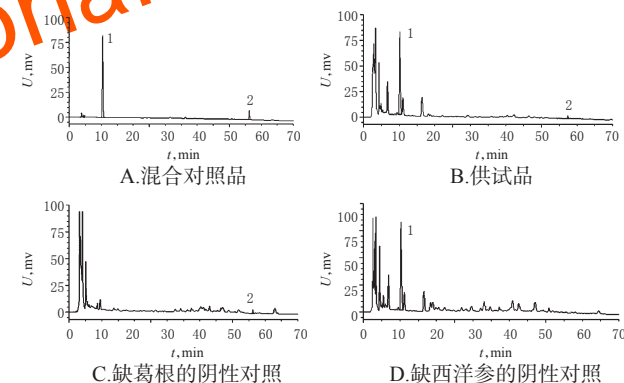
图4 水蛭的薄层色谱图

Fig 4 TLC chromatogram of *Whitmania pigra*

2.2.3 供试品溶液的制备 取样品内容物适量,混匀,研细,取约1.5 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加70%甲醇溶液25 mL,密塞,称定质量,超声处理30 min,放冷,再次称定质量,用70%甲醇溶液补足减失的质量,滤过;精密量取续滤液5 mL,置于25 mL量瓶中,加70%甲醇溶液定容,摇匀,即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 按复视明胶囊处方和工艺分别制备缺葛根、西洋参的阴性样品,并按“2.2.3”项下方法制成单一阴性对照溶液。

2.2.5 系统适用性试验 取上述混合对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各适量,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定。结果,理论板数以人参皂苷Rb<sub>1</sub>峰计大于4 000;分离度大于1.5,各成分基线分离良好,详见图5。



注:1.葛根素;2.人参皂苷Rb<sub>1</sub>  
Note: 1. puerarin; 2. ginsenosides Rb<sub>1</sub>

图5 高效液相色谱图

Fig 5 HPLC chromatograms

2.2.6 线性关系考察 分别精密量取“2.2.2”项下混合对照品溶液0.125、0.250、0.500、1.000、2.000、4.000 mL,分别置于5 mL量瓶中,加70%甲醇溶液定容,制成系列混合对照品溶液。精密量取上述系列混合对照品溶液各10 μL,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>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,得葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>回归方程分别为y=55 075x-35 821 (r=

0.999 7)、 $y=3\ 366x+35$  ( $r=0.999\ 6$ )。结果表明,葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>检测质量浓度线性范围分别为10.56~337.92、17.80~569.70 μg/mL。

2.2.7 定量限与检测限考察 分别精密量取“2.2.2”项下混合对照品溶液适量,倍比稀释,并按“2.2.1”项下色谱条件进样测定。当信噪比为10:1时,得定量限;当信噪比为3:1时,得检测限。结果,葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>定量限分别为2.20、1.86 μg/mL,检测限分别为0.12、0.13 μg/mL。

2.2.8 精密度试验 按“2.2.2”项下方法制备混合对照品溶液(葛根素、人参皂苷质量浓度分别为42.24、71.21 μg/mL),取适量,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,葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>峰面积的RSD分别为0.58%、0.23% ( $n=6$ ),表明仪器精密度良好。

2.2.9 稳定性试验 取“2.2.3”项下供试品溶液(批号:20150801)适量,分别于室温下放置0、2、4、8、12 h时按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>峰面积的RSD分别为1.32%、1.45% ( $n=5$ ),表明供试品溶液于室温放置12 h内基本稳定。

2.2.10 重复性试验 精密称取样品(批号:20150801)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,葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>含量平均值分别为9.46、4.75 mg/g, RSD分别为1.29%、1.54% ( $n=6$ ),表明本方法重复性良好。

2.2.11 加样回收率试验 取已知含量样品(批号:20150801)适量,共6份,分别加入一定量的混合对照品溶液,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。

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	取样量, 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, %
葛根素	1.499 2	14.182 4	14	27.878 6	97.83	97.78	1.45
	1.519 6	14.375 4	14	28.146 9	98.36		
	1.478 4	13.985 7	14	27.377 9	95.65		
	1.481 3	14.013 1	14	27.552 6	96.71		
	1.520 8	14.386 8	14	28.169 6	98.44		
	1.492 6	14.120 0	14	28.072 3	99.66		
人参皂苷Rb <sub>1</sub>	1.465 2	7.121 2	7	14.017 5	98.52	97.79	0.77
	1.456 6	7.218 1	7	14.109 7	98.45		
	1.521 4	7.226 7	7	14.013 7	96.95		
	1.481 3	7.036 2	7	13.849 2	97.32		
	1.520 8	7.223 8	7	14.714 0	98.43		
	1.492 6	7.089 9	7	13.884 3	97.06		

2.2.12 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,记录峰面积并计算样品含量,结果见表2。

表2 样品含量测定结果( $n=3$ , mg/g)

Tab 2 Results of content determination of samples ( $n=3$ , mg/g)

样品批号	葛根素	人参皂苷Rb <sub>1</sub>
20150801	9.46	4.75
20150802	9.50	4.63
20150803	9.69	4.75
平均值	9.55	4.71
RSD, %	1.29	1.54

### 3 讨论

当归的化学成分主要包括萜本内酯类及其异构物、香豆素类、多糖类、黄酮类及有机酸类等。萜本内酯TLC预试验中,笔者对不同比例正己烷-乙酸乙酯系统的展开结果进行了比较,发现在正己烷-乙酸乙酯(4:1, V/V)条件下比移值( $R_f$ )适中,在紫外光灯(365 nm)下,当归特征斑点清晰,阴性对照无干扰。决明子含有蒽醌类、苯丙吡咯酮类、苷类、脂肪酸类等成分<sup>[7]</sup>,因此笔者选择其有效成分橙黄决明素、大黄酚作为鉴别指标。两者TLC预试验中,笔者对乙醇-乙酸乙酯(2:1, V/V)、甲醇-乙酸乙酯(2:1, V/V)、石油醚(30~60 ℃)-丙酮(2:1, V/V)系统下的展开结果进行了比较,发现在石油醚(30~60 ℃)-丙酮(2:1, V/V)条件下 $R_f$ 适中,决明子特征斑点清晰,阴性对照无干扰<sup>[8]</sup>。枸杞子化学成分较复杂,主要成分为胡萝卜素、核黄素、硫胺素、烟酸、亚油酸、抗坏血酸等<sup>[10]</sup>。枸杞子TLC预试验中,笔者对不同比例乙酸乙酯-三氯甲烷-甲酸系统的展开结果进行了比较,发现在乙酸乙酯-三氯甲烷-甲酸(3:2:1, V/V/V)条件下 $R_f$ 适中,在紫外光灯(365 nm)下枸杞子特征斑点清晰,阴性对照无干扰<sup>[9]</sup>。水蛭含有多肽类、肝素、抗血栓素、氨基酸以及镇痛酶、抗炎酶和溶血酶等成分<sup>[7]</sup>。水蛭TLC预试验中,笔者对不同比例环己烷-乙酸乙酯系统的展开结果进行了比较,发现在环己烷-乙酸乙酯(4:1, V/V)条件下,水蛭特征斑点清晰,阴性对照无干扰。另在TLC预试验中,黄芪鉴别结果显示阴性对照有干扰;桂枝与红花处方比例小,均未检出特征斑点;对熟地黄中毛蕊花糖苷进行鉴别,结果阴性对照有干扰。因此,上述药材均未列入标准。

在色谱条件摸索中,经过不同柱温(20、25、30、35、40 ℃)、不同色谱洗脱系统[甲醇-水、乙腈-水、甲醇-磷酸溶液(0.30%、0.15%、0.07%)、乙腈-磷酸溶液(0.30%、0.15%、0.07%)]、不同进样量(5、10、20 μL)及不同超声时间(10、20、30、40 min)比较,笔者发现虽然制剂中西洋参为全粉入药,而葛根经过醇提取,但由于组方较大、成分复杂、干扰多,以致出现人参皂苷Rg<sub>1</sub>和人参皂苷分离度不好、基线不平稳(因此两者未列入标准),人参皂苷Rb<sub>1</sub>出峰时间过长等现象。经过对色谱条件的调整,制剂中葛根素、人参皂苷Rb<sub>1</sub>含量的方法学考察等,最终笔者建立了操作简单、灵敏、专属性可靠、重复性良好的HPLC法,用以测定本制剂中葛根素与人参皂苷Rb<sub>1</sub>的含量。

# 多指标评分法优选野马追抗动脉粥样硬化有效部位的乙醇提取工艺<sup>Δ</sup>

李卿<sup>1\*</sup>, 贺宗毅<sup>1,2,3</sup>, 杜洪飞<sup>1</sup>, 周兴<sup>1</sup>, 梁旭明<sup>1#</sup> (1. 重庆市中药研究院, 重庆 400065; 2. 重庆市中药资源学重点实验室, 重庆 400065; 3. 中国中医科学院中药资源中心重庆分中心, 重庆 400065)

中图分类号 R284.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)06-0753-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.06.08

**摘要** 目的: 优化野马追抗动脉粥样硬化有效部位的乙醇提取工艺。方法: 以金丝桃苷、槲皮素、山柰素、棕矢车菊素含量为指标, 考察乙醇体积分数、液料比、提取时间、提取次数对野马追药材乙醇提取工艺的影响; 采用多指标评分法, 设计正交试验法优选提取工艺, 并进行验证试验。结果: 优化的提取工艺为采用70%乙醇为提取溶剂, 按液料比12:1加入, 回流提取3次, 每次2h; 3批次验证试验结果显示, 所得4种指标成分的含量均较高, 平均值分别为5.305 3、1.560 1、1.986 5、6.703 6 mg/g (RSD < 1.1%, n = 3), 结果稳定可靠, 且与正交试验结果一致。结论: 优化的野马追乙醇回流提取工艺稳定可靠, 可操作性好, 能源消耗与成本更适合工业化生产, 为下一步纯化、富集野马追抗动脉粥样硬化有效成分提供了工艺基础。

**关键词** 野马追; 抗动脉粥样硬化; 提取工艺; 正交试验; 多指标评分法

## Optimization of Eehanol Extraction Technology of Anti-atherosclerosis Effective Fraction in *Lindley eupatorium* by Multiple Index Scoring Method

LI Qing<sup>1</sup>, HE Zongyi<sup>1, 2, 3</sup>, DU Hongfei<sup>1</sup>, ZHOU Xing<sup>1</sup>, LIANG Xuming<sup>1</sup> (1. Chongqing Academy of Chinese Materia Medica, Chongqing 400065, China; 2. Chongqing Key Lab of Chinese Medicine Resources, Chongqing 400065, China; 3. Chongqing Sub-center of the National Resource Center for Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Chongqing 400065, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To optimize the ethanol extraction process of anti-atherosclerosis effective fraction of *Lindley eupatorium*. METHODS: Using the contents of hyperin, quercetin, kaempferol and jaceosidin as indexes, the effects of ethanol volume fraction, liquid-solid ratio, extraction time and extraction times on ethanol extraction technology were investigated. By multiple index scoring method, orthogonal test was designed to optimize extraction technology, and validation test was conducted. RESULTS: The optimal extraction technology was 70% ethanol as extraction solvent with solid-liquid ratio of 12:1, reflux extracting for 3 times, 2 h each time. Results of 3 batches of validation tests showed that the contents of 4 marker components were in high level, being 5.305 3, 1.560 1, 1.986 5, 6.703 6 mg/g in average (RSD < 1.1%, n = 3). Results of validation tests were stable and reliable, and were in good agreement with the results of orthogonal tests. CONCLUSIONS: The optimized ethanol

综上所述, 本研究所建标准可用于复视明胶囊的质量控制。

### 参考文献

- [1] 王蕾, 王英平, 许世泉, 等. 西洋参化学成分及药理活性研究进展[J]. 特产研究, 2007, 3(3): 73-77.
- [2] 王作书, 李晓华, 明月. 人参皂苷 Rb<sub>1</sub> 对人视网膜色素上皮细胞 DNA 合成的抑制作用[J]. 中国实验诊断学, 2012, 16(9): 1553-1555.
- [3] 刘德丽, 包华音, 刘杨. 近 5 年黄芪化学成分及药理作用研究进展[J]. 食品与药品, 2014, 16(1): 68-70.

Δ 基金项目: 重庆市重点产业共性关键技术创新专项 (No. cstc2016zdcy-ztxx10004); 重庆市基本科研业务费计划项目 (No. 2016cstc-jbky-01904)

\* 副主任药师。研究方向: 中药新药开发及质量标准研究。电话: 023-89029065。E-mail: qingl666@sina.com

# 通信作者: 副研究员, 硕士。研究方向: 中药新产品开发。电话: 023-89029065。E-mail: liangxuming2014@yahoo.com.cn

- [4] 蔡琳. 葛根的化学成分、药理及临床作用的研究进展[J]. 山东化工, 2014, 43(8): 40-41.
- [5] 倪同上, 刘相和, 迟焕芳. 枸杞子提取液对 RCS 大鼠视网膜色素变性的保护作用[J]. 青岛大学医学院学报, 2008, 44(5): 416-418.
- [6] 尹辉. 当归化学成分及药理活性研究进展[J]. 重庆科技学院学报(自然科学版), 2015, 17(1): 100-101, 112.
- [7] 孔祥锋, 臧恒昌. 决明子化学成分及药理活性研究进展[J]. 药学研究, 2013, 32(11): 660-662.
- [8] 袁红霞, 张莉芹, 马瑾, 等. 水蛭药用成分及主要药理功效研究进展[J]. 甘肃医药, 2013, 32(4): 270-273.
- [9] 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.
- [10] 江旭锋. 枸杞子化学成分及其药理学研究概况[J]. 江西中医学院学报, 2013, 25(3): 98-100.

(收稿日期: 2017-05-23 修回日期: 2017-06-29)

(编辑: 张静)