

# 鲜天麻冻干粉的质量标准研究<sup>△</sup>

左爱萍<sup>1\*</sup>, 王传方<sup>2</sup>, 潘梅<sup>1</sup>, 唐靖雯<sup>1#</sup>, 张丽艳<sup>3</sup>, 吴浩<sup>2</sup>(1. 贵州威门药业股份有限公司, 贵阳 550018; 2. 贵州同威生物科技有限公司, 贵州毕节 551600; 3. 贵阳中医学院药学院, 贵阳 550002)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)30-4250-03  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.30.26

**摘要** 目的: 为建立鲜天麻冻干粉的质量标准提供参考。方法: 采用薄层色谱(TLC)法对制剂中的天麻进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法测定制剂中天麻素的含量。色谱柱为 Diamonsil C<sub>18</sub>, 流动相为乙腈-0.05%磷酸(3:97, V/V), 流速为 1.0 ml/min, 检测波长为 220 nm, 柱温为 25 ℃, 进样量为 10 μl。结果: 鲜天麻冻干粉的 TLC 图斑点清晰、分离度好。天麻素检测质量浓度线性范围为 2.9~14.5 μg/ml( $r=0.999\ 9$ ); 精密性、稳定性、重复性试验的 RSD≤1.00%; 加样回收率为 98.07%~102.70%, RSD 为 1.74% ( $n=6$ )。结论: 该方法操作简便、结果准确、重复性好, 适用于鲜天麻冻干粉的质量控制。

**关键词** 鲜天麻冻干粉; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

## Study on the Quality Standard of Fresh *Gastrodia elata* Lyophilized Powder

ZUO Ai-ping<sup>1</sup>, WANG Chuan-fang<sup>2</sup>, PAN Mei<sup>1</sup>, TANG Jing-wen<sup>1</sup>, ZHANG Li-yan<sup>3</sup>, WU Hao<sup>2</sup>(1. Guizhou Warmen Pharmaceutical Co., Ltd., Guiyang 550018, China; 2. Guizhou Tongwei Biotechnology Co., Ltd., Guizhou Bijie 551600, China; 3. School of Pharmacy, Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To provide reference for the establishment of quality standard for Fresh *Gastrodia elata* lyophilized powder. METHODS: TLC was conducted for the qualitative identification of *G. elata* in preparation, and HPLC was conducted for the content determination of gastrodin in preparation. The column was Diamonsil C<sub>18</sub> with mobile phase of acetonitrile-0.05% phosphoric acid (3:97, V/V) at a flow rate of 1.0 ml/min, detection wavelength was 220 nm, column temperature was 25 ℃ and volume injection was 10 μl. RESULTS: TLC pots of Fresh *G. elata* lyophilized powder were clear and well-separated. The linear of gastrodin was 2.9-14.5 μg/ml( $r=0.999\ 9$ ); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were no more than 1.00%; recovery was 98.07%-102.70% (RSD=1.74%,  $n=6$ ). CONCLUSIONS: The method is simple, accurate and reproducible, and suitable for the quality control of Fresh *G. elata* lyophilized powder.

**KEYWORDS** Fresh *Gastrodia elata* lyophilized powder; Quality standard; TLC; HPLC

天麻是古今医家常用的名贵中药, 具有息风止痉、平抑肝阳、祛风通络之功效<sup>[1]</sup>, 临床多用于小儿惊风、癫痫抽搐、破伤风、头痛眩晕等症的治疗。现代医学研究表明, 天麻富含多种人体必需的氨基酸, 对神经细胞的发育和代谢有一定的作用。鲜天麻冻干粉由天麻的块茎经过蒸煮、冷冻干燥和粉碎制得, 在保留了天麻有效成分的同时, 还具备了服用方便、量效可控的优点。本研究参考 2010 年版《中国药典》(一部) 天麻鉴别项下方法, 对鲜天麻冻干粉进行薄层色谱(TLC)鉴别, 并采用高效液相色谱(HPLC)法测定天麻素的含量<sup>[2-4]</sup>, 以为其规模化工业生产中的质量控制提供科学依据。

## 1 材料

### 1.1 仪器

2996 型 HPLC 仪, 包括二极管阵列检测器(美国 Waters 公司); KQ-250DB 型超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司); AMW2200 型十万分之一电子分析天平(日本岛津公司)。

### 1.2 药品与试剂

鲜天麻冻干粉(贵州同威生物科技有限公司, 批号:

<sup>△</sup> 基金项目: 贵州省中药现代化科技产业研究开发专项项目(No. 黔科合 SY 字[2014]3019 号)

\* 副主任药师。研究方向: 中药质量管理及质量标准。电话: 0851-86312625。E-mail: wmgzb@163.com

# 通信作者: 高级工程师。研究方向: 中药新药、保健食品研发及质量控制。电话: 0851-86312620。E-mail: cyun819@163.com

20141101、20141102、20141103, 规格: 3 g/瓶); 天麻对照药材(批号: 120944-201009)、天麻素对照品(批号: 110807-201306, 纯度: 96.8%) 均购自中国食品药品检定研究院; 天麻苷对照品(美国 Sigma-Alorich 公司, 批号: DX060422, 纯度: 99%); 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。

## 2 方法与结果

### 2.1 定性鉴别

取鲜天麻冻干粉 0.5 g, 加 70% 甲醇 5 ml, 超声(功率: 250 W, 频率: 40 kHz) 处理 30 min, 滤过, 取滤液作为供试品溶液。取天麻对照药材 0.5 g, 加水, 煮沸, 滤过, 蒸干, 得残渣, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。另取天麻素和天麻苷对照品各适量, 加甲醇分别制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。按 TLC 法[2010 年版《中国药典》(一部) 附录 VI B] 试验, 吸取供试品溶液 10 μl、对照药材溶液和对照品溶液各 5 μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水(9:1:0.2, V/V/V) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液, 在 105 ℃ 加热至斑点显色清晰, 置日光下检视。结果, 供试品色谱中, 在与对照药材和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 且阴性对照无干扰, 详见图 1。

### 2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: Diamonsil C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.05% 磷酸(3:97,

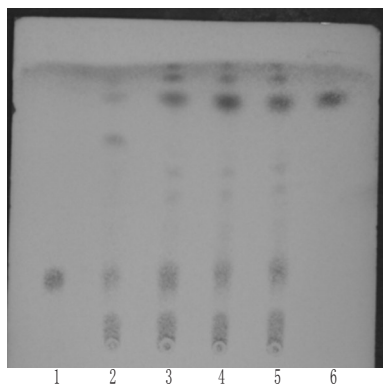


图1 薄层色谱图

1.天麻素对照品;2.对照药材;3~5.供试品(批号:20141101、20141102、20141103);6.天麻苷对照品

Fig 1 TLC chromatograms

1.reference substance of gastrodin; 2.reference medicinal herbs; 3-5.test sample (batch number: 20141101, 20141102, 20141103); 6.reference substance of gastrodin

$I/V$ );流速:1.0 ml/min;检测波长:220 nm;柱温:25 ℃;进样量:10  $\mu$ l。在上述色谱条件下,理论板数以天麻素峰计算应不少于4 000,分离度>1.5,各成分基线分离良好,详见图2。

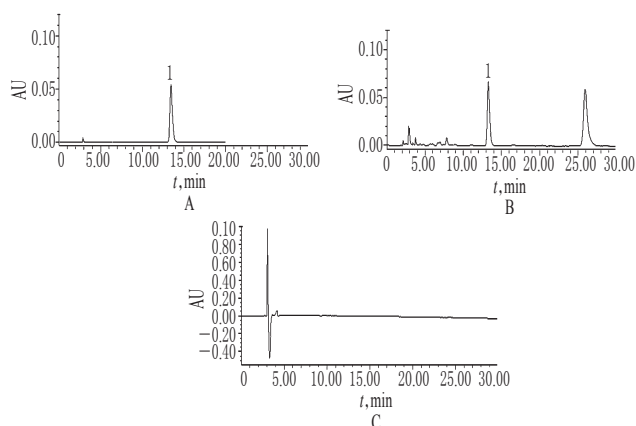


图2 高效液相色谱图

A.对照品;B.供试品;C.阴性对照;1.天麻素

Fig 2 HPLC chromatograms

A.reference substance; B.test sample; C.negative control; 1.gastrodin

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取天麻素对照品14.50 mg,置于50 ml量瓶中,用甲醇溶解并定容,作为对照品贮备液。取对照品贮备液适量,加流动相稀释制成每1 ml含58  $\mu$ g的对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 精密称取鲜天麻冻干粉约1.0 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入75%甲醇25 ml,称定质量,加热回流3 h,放冷,再次称定质量,用75%甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液10 ml置于25 ml量瓶中,浓缩,残渣用流动相溶解并定容,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 制备缺天麻的阴性样品1.0 g,按“2.2.3”项下方法操作,即得。

2.2.5 线性关系考察<sup>[5-8]</sup> 分别精密吸取“2.2.2”项下对照品溶液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 ml,置于10 ml量瓶中,用甲醇定容,制成系列对照品溶液,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以天麻素峰面积(y)为纵坐标,质量浓度(x,  $\mu$ g/ml)为横

坐标进行线性回归,得回归方程为 $y=202\ 277x-24\ 069$ ( $r=0.999\ 9$ )。结果表明,天麻素检测质量浓度线性范围为2.9~14.5  $\mu$ g/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6次测定,记录峰面积。结果,天麻素峰面积的RSD为0.37%( $n=6$ ),表明仪器精密度良好。

2.2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液(批号:20141101)适量,分别于放置0、2、4、8、16、24 h时进样测定,记录峰面积。结果,天麻素峰面积的RSD为0.53%( $n=6$ ),表明供试品溶液在24 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:20141101)适量,共6份,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。结果,天麻素峰面积的RSD为1.00%( $n=6$ ),表明本方法重复性良好。

2.2.9 加样回收率试验 取样品(批号:20141101)适量,共6份,分别加入2.59 mg天麻素对照品,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 加样回收试验结果( $n=6$ )

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

称样量,mg	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,%
500	3.97	2.59	6.51	98.07	100.71	1.74
500	3.99	2.59	6.62	101.54		
500	3.98	2.59	6.64	102.70		
500	3.95	2.59	6.59	101.93		
500	3.96	2.59	6.53	99.23		
500	3.93	2.59	6.54	100.77		

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含量,结果见表2。

表2 样品含量测定结果( $n=3$ )

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

批号	质量分数,%
20141101	0.34
20141102	0.31
20141103	0.31

### 3 讨论

TLC鉴别中,3批鲜天麻冻干粉在与天麻对照药材和天麻素、天麻苷对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。考虑到中国食品药品检定研究院不提供天麻苷对照品,因此在含量测定中对对照品只测了天麻素。

天麻素提取工艺中,笔者曾考察了不同体积分数甲醇超声提取等方法,结果当甲醇体积分数为75%时,天麻素含量较高;并考察了超声提取、回流提取工艺,结果回流提取时天麻素含量较高;还考察了不同回流提取时间,结果当回流时间为3 h时,天麻素含量较高。

综上所述,该方法操作简便、结果准确、重复性好,适用于鲜天麻冻干粉的质量控制。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2010年版.北京:中国医药科技出版社,2010:54,159.
- [2] 任卫琼,李珊,陈迎春,等.复方天麻止痛颗粒质量标准研究[J].中国药业,2014,23(21):35.
- [3] 刘剑,闫建坤.天麻素氯化钠注射液的质量标准研究[J].

# ICP-MS法同时测定感冒灵颗粒中9种金属元素的含量<sup>Δ</sup>

宋鑫<sup>\*</sup>, 杭学宇<sup>#</sup>, 王露, 冯晓青, 王芹, 徐瑞(淮安市疾病预防控制中心, 江苏淮安 223001)

中图分类号 R927.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2015)30-4252-03  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2015.30.27

**摘要** 目的:建立同时测定感冒灵颗粒中铜、铅、砷、铬、镉、钡、锰、锑、汞等9种金属元素含量的方法。方法:样品加硝酸微波消解后,采用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法进行同时测定,以锗、铟、铋元素作为内标,以待测元素标准品作为标准物质,射频功率为1 100 W,采样深度为8 mm,载气为高纯氩气,载气流量为1.0 L/min。结果:9种金属元素在各自的质量浓度范围内与仪器响应值之比呈良好的线性关系( $r$ 为0.999 1~0.999 9);检测限在0.3~6.0 μg/L之间;精密性、稳定性、重复性试验的RSD≤6.0%;加样回收率为80.0%~113.5%,RSD为1.0%~4.5%。结论:该方法简单、快速、准确,可用于感冒灵颗粒中9种金属元素的含量测定。

**关键词** 电感耦合等离子体质谱;感冒灵颗粒;金属元素;微波消解

## Simultaneous Determination of the Contents of 9 Metal Elements in Ganmaoling Granule by ICP-MS

SONG Xin, HANG Xue-yu, WANG Lu, FENG Xiao-qing, WANG Qin, XU Rui(Huaian Center for Disease Control and Prevention, Jiangsu Huaian 223001, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish a method for simultaneous determination of the contents of Cu, Pb, As, Cr, Cd, Ba, Mn, Sb and Hg in Ganmaoling granule. METHODS: ICP-MS was conducted. The sample was handled by nitric acid microwave digestion system, the mass concentration of 9 metal elements were determined by ICP-MS with Ge, In, Bi as internal standard and standard substance of test element standards. RF power was 1 100 W, sampling depth was 8 mm, carrier gas was argon (Ar) with high purity and flow rate was 1.0 L/min. RESULTS: All 9 elements had good linear range between mass concentration and ion peaks ( $r=0.999\ 1-0.999\ 9$ ), detection limits were in the range of 0.3-6.0 μg/L; RSDs of precision, stability and reproducibility tests were no more than 6.0%; average recoveries were in the range of 80.0%-113.5%, and RSDs were in 1.0%-4.5%. CONCLUSIONS: The method is simple, rapid and accurate, and can be used for the determination of 9 metal elements in Ganmaoling granule.

**KEYWORDS** ICP-MS; Ganmaoling granule; Metal element; Microwave digestion

感冒灵颗粒的主要成分为三叉苦、金盏银盘、野菊花、岗梅、咖啡因、对乙酰氨基酚、马来酸氯苯那敏和薄荷油,辅料为蔗糖粉。目前执行的质量标准中尚无金属元素和其他有害元素的检测项目<sup>[1]</sup>。该药成分较多,既有中药成分又有西药成分,由于叠加效应的存在可使某些元素含量偏高;在生产过程中也可能引入某些元素。因此,有必要对感冒灵颗粒中的金属元素进行测定,全面地评价该药的质量。2005年以来,虽然有关于感冒灵颗粒中某些物质含量测定的文献<sup>[2-3]</sup>,但尚未见关于金属元素含量测定的报道。

对于金属元素的快速检测,首选方法是电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法。该法是以独特的接口技术将电感耦合等

离子体(ICP)的高温电离特性与四极杆质谱(MS)仪灵敏、快速扫描的优点相结合的一种新型元素和同位素分析技术,具有检测限低、动态线性范围宽、干扰少、分析速度快、可同时测定多种元素等优点,已广泛应用于药物中多种元素的检测分析<sup>[6-11]</sup>。

本试验采用微波消解法进行样品前处理,内标法定量,建立了以ICP-MS法同时测定感冒灵颗粒中铜(Cu)、铅(Pb)、砷(As)、铬(Cr)、镉(Cd)、钡(Ba)、锰(Mn)、锑(Sb)、汞(Hg)等9种金属元素含量的方法,现报道如下。

## 1 材料

### 1.1 仪器

- 中国当代医药,2014,21(30):8.  
[4] 樊莉,周世文.黄芪天麻胶囊的质量标准研究[J].中国药房,2013,24(35):3 314.  
[5] 辛爱玲.天麻熄风胶囊质量标准研究[J].中国现代中药,

- 2015,17(2):153.  
[6] 陈江,李兴科,王康,等.天芎头风片质量标准研究[J].中国药业,2014,23(24):81.  
[7] 毛志刚,冯景辉.头痛宁颗粒质量标准研究[J].药学研究,2014,33(12):702.  
[8] 朱培芳,陈涛,顾雯,等.云南昭通产天麻中天麻多糖含量的测定[J].光谱实验室,2013,30(6):2 960.

Δ 基金项目:江苏省卫生厅科技项目(No.Y2013037);淮安市科学技术局科技支撑(社会发展)项目(No.HAS2013030)

\* 主管药师。研究方向:药理学检验。电话:0517-83668511。  
E-mail:305211704@qq.com

# 通信作者:副主任技师。研究方向:理化检验。电话:0517-83668511。E-mail:hangxyu@sina.com

(收稿日期:2015-04-03 修回日期:2015-07-09)

(编辑:张静)