

珍宝类藏族药珍珠丸系列品种中挥发性成分的GC特征图谱

刘学良^{1,2*}, 王慧春¹, 海平¹, 骆桂法¹,
韩晓萍¹, 李永鹏¹, 逯雯洁¹, 宋霞¹

(1. 青海省药品检验检测院, 西宁 810016;
2. 青海省食品药品监督管理局 食品药品审评中心, 西宁 810007)

[摘要] 目的:建立藏族药珍珠丸系列品种(二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸)中挥发性成分的特征图谱,对其部分成分归属进行初步判定,为其全面质量评价提供依据。方法:Agilent DB-1 毛细管柱(0.25 mm × 30 m, 0.25 μm),进样口温度200 ℃,FID检测器温度320 ℃;柱温初始温度为60 ℃,保留1 min,以4 ℃·min⁻¹的速率升至90 ℃,保留1 min,再以2 ℃·min⁻¹的速率升至110 ℃,保留10 min,再以2.5 ℃·min⁻¹的速率升至200 ℃,保留5 min,最后以5 ℃·min⁻¹的速率升至280 ℃,保留8 min;载气氮气,流速3 mL·min⁻¹,进样量2 μL,分流比为5:1。结果:GC特征图谱中标定的共有峰,精密性、稳定性、重复性均达到了要求(RSD < 5.0%),相似度分析中,不同厂家、不同批次的样品各成分的种类差异不大,但成分的比例和量上差异较大。结论:建立的气相特征图谱中,各共有峰分离较好,可为藏族药珍珠丸系列品种的质量评价提供借鉴。

[关键词] 珍珠丸系列品种; 二十五味珍珠丸; 七十味珍珠丸; 气相特征图谱; 质量评价

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)10-0061-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2017100061

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170308.0953.042.html>

[网络出版时间] 2017-03-08 9:53

Characteristic Chromatogram of Volatile Components in Tibetan Medicine Zhenzhu Pills

LIU Xue-liang^{1,2*}, WANG Hui-chun¹, HAI Ping¹, LUO Gui-fa¹,
HAN Xiao-ping¹, LI Yong-peng¹, LU Wen-jie¹, SONG Xia¹

(1. Qinghai Provincial Research Institute for Drug Control, Xining 810016, China;
2. Qinghai Food and Drug Administration Technical Evaluation Center, Xining 810007, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a GC chromatographic fingerprint analysis method of volatile components in Tibetan medicine Zhenzhu pills (Ershiwuwei Zhenzhu Wan and Qishiwei Zhenzhu pills), initially determine the properties of their part components, and provide experimental basis for quality control. **Method:** Agilent DB-1 capillary column (0.25 mm × 30 m, 0.25 μm) was used. The injection port temperature was 200 ℃; while the FID detector temperature was 320 ℃. The temperature program was as follows: the initial column temperature was 60 ℃, maintained for 1 min; then 4 ℃·min⁻¹ up to 90 ℃, maintained for 1 min; 2 ℃·min⁻¹ up to 110 ℃, maintained for 10 min; 2.5 ℃·min⁻¹ up to 200 ℃, maintained for 5 min; and finally 5 ℃·min⁻¹ up to 280 ℃, maintained for 8 min. The carrier gas was nitrogen and its flow rate was 3 mL·min⁻¹, with a diversion ratio of 5:1. **Result:** In all common peaks in the GC characteristic chromatogram, all of their precision,

[收稿日期] 20170320(020)

[基金项目] 青海省(基础)研究计划项目(2013-Z-716)

[通讯作者] *刘学良,主管药师,从事食品药品审评认证工作,Tel:0971-8865519,E-mail:93684218@qq.com

stability and repeatability met the requirements (RSD < 5.0%). Analysis of similarity showed small differences in the chemical compositions from various batches of samples, but the difference in the contents and proportion of chemical compositions were obvious. **Conclusion:** The established GC chromatographic fingerprint method was in good separation, and can be used as a quality control method for Tibetan medicine Zhenzhu pills.

[Key words] Zhenzhu pills series products; Ershiwuwei Zhenzhu Wan; Qishiwei Zhenzhu pills; GC characteristic chromatogram; quality evaluation

二十五味珍珠丸系藏族验方,最早收载于《四部医典》的第三部“秘诀部”中^[1],现收载于《中国药典》2015 年版一部,由珍珠、肉豆蔻、石灰华、草果、丁香、西红花、木香等药味加工制成的丸剂,用于中风、半身不遂、口眼歪斜、昏迷不醒、神志紊乱、谵语发狂等^[2]。七十味珍珠丸是传统藏族药大组方药品的典型代表,为国家卫生部批准的国家中药保护品种,以组方独特、应用广泛、疗效确切而名扬四海,现收载于《中国药典》2015 年版一部,由九眼天珠、玛瑙等宝石类药材及金、银、铜、铁等金属类药材,麝香、野牛血等动物类药材,檀香、木诃子等植物类药材组成^[2-3],具有安神、镇静、通经活络、调和气血、醒脑开窍的功效。

两方中共有药材有天然麝香、草果、冬葵子、香旱芹、降香、豆蔻等,二十五味珍珠丸中含有的木香及七十味珍珠丸中含有的巴夏嘎、苞叶雪莲、天山雪莲、东方草莓等均含有挥发性成分,二者现行质量标准中均没有采用气相色谱法(GC)对挥发性指标进行定性定量控制。目前对二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸 GC 特征图谱的研究尚未见报道,本实验采用 GC 法对二者方中药材的挥发性成分进行了特征图谱研究,并对部分药材进行了归属,能有效地控制珍珠丸系列品种产品的质量。

1 材料

2010-Plus 型气相色谱仪(FID 检测器,日本岛津公司),CPA225D 型电子天平(德国 Sartorius 公司),XS105DU 型电子天平(瑞士 Mettler 公司)。

丁香酚(批号 110725-201414),麝香酮(批号 110719-201215),去氢木香内酯(批号 111525-201510)对照品由中国食品药品检定研究院提供;正己烷为色谱纯;七十味珍珠丸、二十五味珍珠丸样品分别由 A,B,C,D,E 共 5 家生产企业及医院制剂室提供,样品详细信息见表 1。研究用藏族药材由 A 公司提供,经青海省食品药品检验所中药室王慧春主任药师、藏药室骆桂法主任药师鉴定,均符合《中国药典》2015 年版一部,《卫生部药品标准》藏药第一册要求。

表 1 二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸样品信息

二十五味珍珠丸			七十味珍珠丸		
生产企业	编号	批号	生产企业	编号	批号
A	Ae1	20130107	A	Aq1	20131110
	Ae2	20131004		Aq2	20140324
	Ae3	20140310		Aq3	20140617
	Ae4	20141120		Aq4	20140141
B	Be1	20140405		Aq5	20140612
	Be2	20121016	Aq6	20141115	
	Be3	20130316	B	Bq1	20111208
	Be4	20131018		Bq2	20130126
	Be5	20131026		Bq3	20140103
C	Ce1	20140710	Bq4	20140201	
	D	De1	13095A	C	Cq1
De2		14087A	D		Dq1
De3		14096A	Dq2	14084A	
E	Ee1	20141001	E	Eq1	20140902
	Ee2	20141208		Eq2	20141101

2 方法与结果

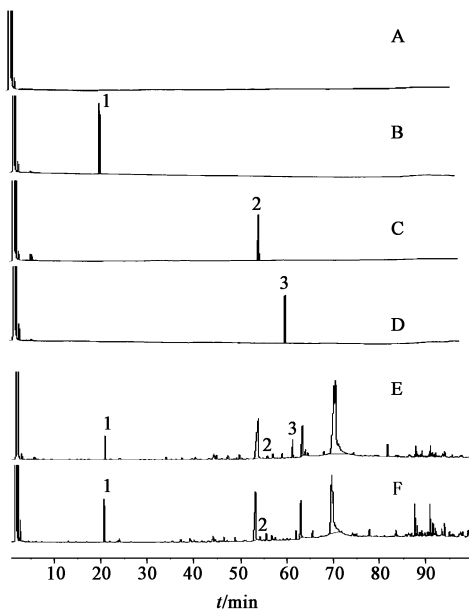
2.1 色谱条件与系统适用性试验考察 采用 Agilent DB-1 毛细管柱(0.25 mm × 30 m, 0.25 μm), 进样口温度 200 °C, 分流比 5:1, 载气(氮气), 流速 3 mL·min⁻¹, FID 检测器温度 320 °C, 对照品及样品进样量均为 2 μL; 毛细管柱升温程序: 初始温度为 60 °C, 保留 1 min, 以 4 °C·min⁻¹ 的速率升至 90 °C, 保留 1 min, 再以 2 °C·min⁻¹ 的速率升至 110 °C, 保留 10 min, 再以 2.5 °C·min⁻¹ 的速率升至 200 °C, 保留 5 min, 最后以 5 °C·min⁻¹ 的速率升至 280 °C, 保留 8 min。理论板数以丁香酚峰计算不低于 5 000, 分离度 > 1.5, 拖尾因子 > 0.99。

2.2 对照品溶液的制备 取丁香酚、麝香酮、去氢木香内酯对照品适量, 精密称定, 分别加正己烷制成每 1 mL 约含 20 μg 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备 取二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸样品适量, 研细, 分别精密称取 5 g, 各加水 200 mL, 按 2015 年版《中国药典》挥发油测定项下方法提取挥发油(2 h), 接收液加正己烷 2 mL, 分取

正己烷部分定容至 5 mL 量瓶中,作为供试品溶液。

取溶剂正己烷作为空白对照,按照 2.1 项下色谱条件进样得空白对照图谱,与丁香酚、麝香酮、去氢木香内酯对照品溶液,二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸供试品溶液特征图谱对比发现,溶剂无干扰,GC 特征图谱中各成分色谱峰分离良好。3 种对照品溶液与药材溶液进样后,与二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸特征图谱进行对比后发现,二十五味珍珠丸样品溶液中能检出丁香酚、麝香酮、去氢木香内酯,七十味珍珠丸样品溶液中能检出丁香酚、麝香酮,详见图 1。



A. 空白溶剂(正己烷);B,C,D. 对照品;E. 二十五味珍珠丸;F. 七十味珍珠丸;1. 丁香酚;2. 麝香酮;3. 去氢木香内酯

图 1 二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸气相色谱

Fig. 1 GC chromatograms of Ershiwuwei Zhenzhu Wan, Qishiwei Zhenzhu pills

2.4 含挥发性成分单味药材溶液的制备 分别精密称取方中白檀香、荜拔、丁香、草果、冬葵子、香早芹、豆蔻、降香等植物类药材各 0.5 g,加水 100 mL,按挥发油测定法提取挥发油(2 h),接收液加正己烷 2 mL,分取正己烷部分定容至 5 mL 量瓶中,作为单味药材溶液。

2.5 精密度试验 分别取 A 公司提供的二十五味珍珠丸样品(批号 20130107)及七十味珍珠丸样品(批号 20131110)适量,研细,精密称取 2 g,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,按照 2.1 项下色谱条件,分别连续进样 6 次,记录色谱图。二十五味珍珠丸样品各共有色谱峰相对保留时间的 RSD 均 < 0.7%,相对峰面积的 RSD 均 < 3.4%;七十味珍珠

丸样品各共有色谱峰相对保留时间的 RSD 均 < 1.0%,相对峰面积的 RSD 均 < 3.8%,均符合指纹图谱测定要求,表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 分别取 A 公司提供的二十五味珍珠丸样品(批号 20130107)及七十味珍珠丸样品(批号 20131110)适量,研细,精密称取 2 g,按 2.3 项下方法分别制备供试品溶液 6 份,按照 2.1 项下色谱条件,各进样 1 次,记录指纹图谱。二十五味珍珠丸各共有色谱峰相对保留时间的 RSD 均 < 1.4%,相对峰面积的 RSD 均 < 4.9%;七十味珍珠丸各共有色谱峰相对保留时间的 RSD 均 < 0.9%,相对峰面积的 RSD 均 < 5.0%,表明方法的重复性良好。

2.7 稳定性试验 分别取 A 公司提供的二十五味珍珠丸样品(批号 20130107)及七十味珍珠丸样品(批号 20131110)适量,研细,精密称取 2 g,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,并按照 2.1 项下色谱条件分别在 0,4,8,12,18,24 h 进样分析,记录色谱图。计算得 24 h 内 6 次进样所得指纹图谱,二十五味珍珠丸各共有色谱峰相对保留时间的 RSD 均 < 0.7%,相对峰面积的 RSD 均 < 4.5%;七十味珍珠丸各共有色谱峰相对保留时间的 RSD 均 < 1.5%,相对峰面积的 RSD 均 < 4.3%,表明二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.8 特征图谱的建立与分析^[4-7]

2.8.1 图谱采集时间的确定 取供试品溶液 2 μ L,按照 2.1 项下色谱条件操作,100 min 后基本无色谱峰出现,由此确定色谱图的采集时间为 100 min。

2.8.2 数据分析 运用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”2004A 版,分别对二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸的 15 个批次样品的指纹图谱数据进行分析,二十五味珍珠丸以 6 号峰作为参照峰,七十味珍珠丸以 9 号峰作为参照峰,分别计算不同样品特征图谱相似度,结果见表 2,3。

2.8.3 特征图谱共有色谱峰的标定 将 15 个不同批次的二十五味珍珠丸样品分别按照 2.3 项下方法制备供试品溶液,并按照 2.1 项下色谱条件进样分析,采集色谱图,AIA 数据文件导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”,各图谱叠加,设 S1 为参照图谱,中位数法,时间窗宽度为 0.2 min,进行自动匹配共标定了 16 个共有色谱峰,结合峰形、分离度、信噪比选择其中的 12 个峰作为特征峰并生成对照特征图谱,见图 2,3。

将 15 个不同批次的七十味珍珠丸样品分别

表 2 15 批次二十五味珍珠丸相似度计算

Table 2 Similarities of 15 batches of Ershiwuwei Zhenzhu Wan

No.	Ae1	Ae2	Ae3	Ae4	Be1	Be2	Be3	Be4	Be5	Ce1	De1	De2	De3	Ee1	Ee2	R
Ae1	1	0.589	0.673	0.827	0.866	0.877	0.864	0.752	0.734	0.821	0.714	0.651	0.923	0.863	0.862	0.862
Ae2	0.958	1	0.568	0.475	0.669	0.672	0.657	0.449	0.639	0.667	0.571	0.469	0.639	0.766	0.562	0.437
Ae3	0.860	0.964	1	0.784	0.684	0.684	0.638	0.538	0.544	0.451	0.603	0.651	0.541	0.442	0.439	0.534
Ae4	0.989	0.854	0.952	1	0.782	0.903	0.811	0.757	0.674	0.787	0.713	0.643	0.751	0.652	0.896	0.745
Be1	0.756	0.705	0.615	0.712	1	0.946	0.832	0.829	0.853	0.716	0.618	0.735	0.964	0.691	0.799	0.832
Be2	0.852	0.712	0.603	0.764	0.675	1	0.811	0.914	0.713	0.818	0.759	0.787	0.902	0.893	0.782	0.737
Be3	0.751	0.997	0.686	0.675	0.652	0.874	1	0.648	0.787	0.909	0.612	0.668	0.875	0.803	0.892	0.884
Be4	0.839	0.763	0.994	0.834	0.804	0.732	0.735	1	0.641	0.866	0.871	0.542	0.657	0.838	0.884	0.637
Be5	0.637	0.884	0.838	0.657	0.542	0.871	0.866	0.641	1	0.735	0.732	0.804	0.834	0.994	0.763	0.839
Ce1	0.884	0.892	0.803	0.875	0.668	0.612	0.909	0.787	0.648	1	0.874	0.652	0.675	0.686	0.997	0.751
De1	0.737	0.782	0.893	0.902	0.787	0.759	0.818	0.713	0.914	0.811	1	0.675	0.764	0.603	0.712	0.852
De2	0.832	0.799	0.691	0.964	0.735	0.618	0.716	0.853	0.829	0.832	0.946	1	0.712	0.615	0.705	0.756
De3	0.745	0.896	0.652	0.751	0.643	0.713	0.787	0.674	0.757	0.811	0.903	0.782	1	0.952	0.854	0.989
Ee1	0.534	0.439	0.442	0.541	0.651	0.603	0.451	0.544	0.538	0.638	0.684	0.684	0.784	1	0.964	0.860
Ee2	0.437	0.562	0.766	0.639	0.469	0.571	0.667	0.639	0.449	0.657	0.672	0.669	0.475	0.568	1	0.958
R	0.862	0.862	0.863	0.923	0.651	0.714	0.821	0.734	0.752	0.864	0.877	0.866	0.827	0.673	0.589	1

表 3 15 批次七十味珍珠丸相似度计算

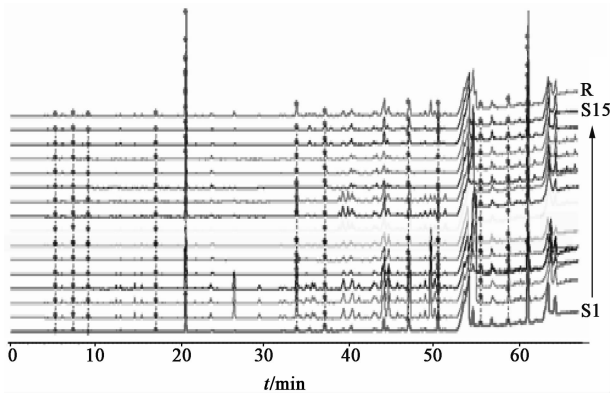
Table 3 Similarities of 15 batches of Qishiwei Zhenzhu pills

No.	Aq1	Aq2	Aq3	Aq4	Aq5	Aq6	Bq1	Bq2	Bq3	Bq4	Cq1	Dq1	Dq2	Eq1	Eq2	R
Aq1	1	0.805	0.633	0.897	0.916	0.847	0.672	0.643	0.664	0.632	0.892	0.941	0.854	0.893	0.862	0.912
Aq2	0.963	1	0.393	0.912	0.882	0.789	0.626	0.421	0.485	0.584	0.651	0.878	0.471	0.884	0.657	0.793
Aq3	0.979	0.906	1	0.867	0.896	0.881	0.634	0.533	0.621	0.422	0.712	0.726	0.517	0.799	0.893	0.436
Aq4	0.927	0.921	0.884	1	0.965	0.965	0.573	0.371	0.435	0.483	0.532	0.951	0.847	0.575	0.672	0.567
Aq5	0.926	0.878	0.986	0.929	1	0.596	0.549	0.449	0.591	0.514	0.636	0.847	0.647	0.668	0.882	0.496
Aq6	0.912	0.951	0.926	0.934	0.928	1	0.814	0.733	0.669	0.516	0.927	0.903	0.727	0.896	0.839	0.852
Bq1	0.722	0.584	0.685	0.699	0.705	0.787	1	0.876	0.914	0.871	0.794	0.854	0.649	0.931	0.926	0.934
Bq2	0.621	0.585	0.485	0.499	0.606	0.581	0.887	1	0.879	0.827	0.745	0.858	0.554	0.426	0.721	0.533
Bq3	0.533	0.721	0.426	0.554	0.858	0.745	0.827	0.879	1	0.887	0.581	0.606	0.499	0.485	0.585	0.621
Bq4	0.934	0.926	0.931	0.649	0.854	0.794	0.871	0.914	0.876	1	0.787	0.705	0.699	0.685	0.584	0.722
Cq1	0.852	0.839	0.896	0.727	0.903	0.927	0.516	0.669	0.733	0.814	1	0.928	0.934	0.926	0.951	0.912
Dq1	0.496	0.882	0.668	0.647	0.847	0.636	0.514	0.591	0.449	0.549	0.596	1	0.926	0.986	0.878	0.926
Dq2	0.567	0.672	0.575	0.847	0.951	0.532	0.483	0.435	0.371	0.573	0.965	0.965	1	0.884	0.921	0.927
Eq1	0.436	0.893	0.799	0.517	0.726	0.712	0.422	0.621	0.533	0.634	0.881	0.896	0.867	1	0.906	0.979
Eq2	0.793	0.657	0.884	0.471	0.878	0.651	0.584	0.485	0.421	0.626	0.789	0.882	0.912	0.393	1	0.963
R	0.912	0.862	0.893	0.854	0.941	0.892	0.632	0.664	0.643	0.672	0.847	0.916	0.897	0.633	0.805	1

按照 2.3 项下方法制备供试品溶液,并按照 2.1 项下色谱条件进样分析,采集色谱图,AIA 数据文件导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”,各图谱叠加,设 S1 为参照图谱,中位数法,时间窗宽度为 0.2 min,进行自动匹配共标定了 19 个共有色谱峰,结合峰形、分离度、信噪比选择其中的 14 个峰作为特征峰并生成对照特征谱图,见图 4,5。

2.8.4 特征峰的辨识与归属 取豆蔻、肉豆蔻、丁香、草果、降香、山柰、麝香、木香、烈香杜鹃、冬葵子

药材溶液,按上述色谱条件进行测定。分别将二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸样品的 GC 特征图谱与各单味药的 GC 图谱分别进行比对,见图 6,7。根据各色谱峰的相对保留时间、峰形等,对供试品特征图谱的特征峰进行辨识与归属,对二十五味珍珠丸 12 个共有峰进行了归属,1 号峰为豆蔻的特征峰,2 号峰为肉豆蔻的特征峰,5 号峰为丁香的特征峰(丁香酚),6 号峰为草果的特征峰,7 号峰为降香的特征峰,9 号峰为山柰的特征峰,10 号峰为麝香的特征峰



S1 ~ S15. 1 ~ 15 号样品; R. 对照指纹图谱(图 4 同)

图 2 15 批次的二十五味珍珠丸对照 GC 谱叠加

Fig. 2 GC Characteristic Chromatogram of 15 batches of Ershiwuwei Zhenzhu Wan

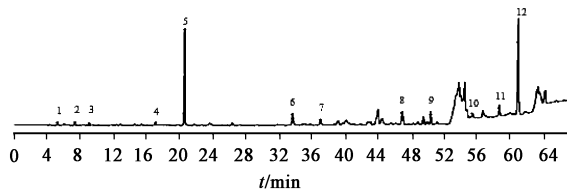


图 3 二十五味珍珠丸 GC 特征谱

Fig. 3 GC Characteristic chromatogram of Ershiwuwei Zhenzhu Wan

(麝香酮), 12 号峰为木香的特征峰(去氢木香内酯);对七十味珍珠丸 14 个共有峰进行了归属, 1 号峰为豆蔻的特征峰, 4 号峰为烈香杜鹃的特征峰, 5 号峰为丁香的特征峰(丁香酚), 8 号峰为草果的特征峰, 9 号峰为降香的特征峰, 11 号峰为麝香的特征峰(麝香酮), 13 号峰为冬葵子的特征峰。其余的色谱峰一部分为多种药材的共有成分, 另外一部分为混合物, 尚不能进行归属。

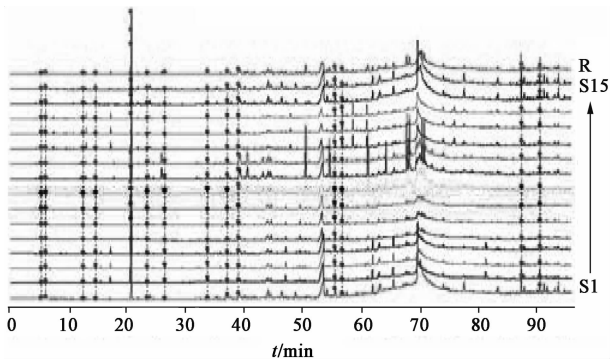


图 4 15 批次的七十味珍珠丸 GC 谱叠加

Fig. 4 GC Characteristic chromatogram of 15 batches of Qishiwei Zhenzhu Wan

通过比较二十五味珍珠丸和七十味珍珠丸不同批次样品的相似度结果发现, B 公司及 E 公司生产

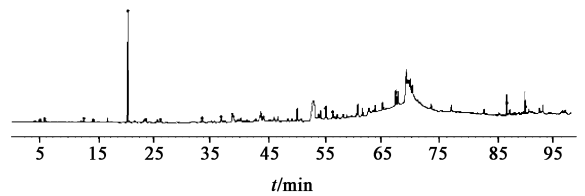
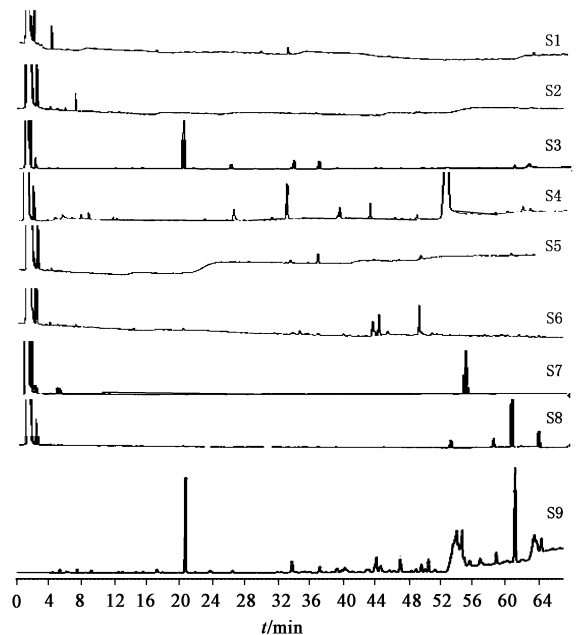


图 5 七十味珍珠丸 GC 特征谱

Fig. 4 GC Characteristic chromatogram of Qishiwei Zhenzhu pills



S1. 豆蔻; S2. 肉豆蔻; S3. 丁香; S4. 草果; S5. 降香; S6. 山柰; S7. 天然麝香; S8. 木香; S9. 二十五味珍珠丸

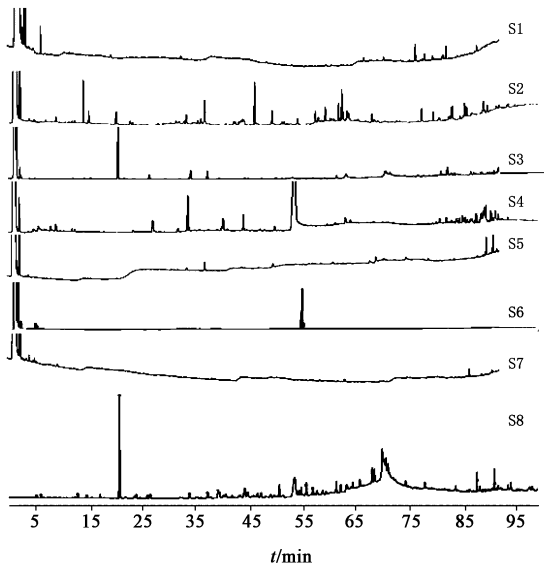
图 6 二十五味珍珠丸样品与单味药材 GC 特征谱比较

Fig. 6 Comparison of GC characteristic chromatogram between Ershiwuwei Zhenzhu Wan and mono-herbal medicine

的二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸样品相似度均偏低, 各共有峰的相对峰面积差别较大, 可能与其选材或者制备工艺中的某环节控制有关; E 公司生产的 2 批二十五味珍珠丸样品, 通过相似度分析发现批次间各共有峰的相对保留时间、相对峰面积的差异较大, 可以认为该厂家对制备工艺本身稳定性的控制较差, 引起批次间差异的因素可能是不同批次采购药材, 饮片的产地不同, 共有成分的含量存在差异。同时也说明取得国家药品批准文号的生产企业 (A, B 公司均取得二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸的药品批准文号) 生产的样品质量优于未取得药品批准文号的药品生产企业。

3 讨论

通过平行称取 3 份同一批次二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸样品对其挥发油得率进行考察, 发现 2 h 后挥发性成分的含量不再增加, 故将提取时间设为 2 h; 通过对不同极性的毛细管色谱柱 (DB-



S1. 豆蔻; S2. 烈香杜鹃; S3. 丁香; S4. 草果; S5. 降香; S6. 天然麝香; S7. 冬葵子; S8. 七十味珍珠丸

图7 七十味珍珠丸样品与单味药材 GC 特征谱比较

Fig. 7 Comparison of GC characteristic chromatogram between Qishiwei Zhenzhu pills and mono-herbal medicine

FFAP, DB-624, DB-5, DB-1) 和不同极性的提取溶剂(石油醚、乙酸乙酯、正己烷)进行对比,发现选用 DB-1 毛细管色谱柱,提取溶剂为正己烷时,出峰数目较多,且分离较好,在此基础上对其色谱条件(进样量、流速、程序升温)进一步进行了优化,建立了二十五味珍珠丸、七十味珍珠丸样品中挥发性成分的提取、测定方法。

特征图谱是基于物质群整体作用的认识,能较为全面地反映制剂所含化学成分的种类与数量,本研究分别建立了二十五味珍珠丸和七十味珍珠丸的 GC 特征图谱,其中二十五味珍珠丸特征图谱确认共有峰 12 个,七十味珍珠丸特征图谱确认共有峰 14 个。利用特征图谱,对二十五味珍珠丸和七十味珍珠丸样品进行了整体质量分析,为产品均一性控制提供科学依据,达到对其质量控制的目的,同时也为安全性监管提供参考。

实验结果表明不同厂家、不同批次的样品各成分的种类差异不大,但成分的比例和量上差异较大,究其原因可能与生产企业所用原料的质量及生产工艺有密切关系。究其原因,认为药材活性成分是植物在长期进化中与环境相互作用的结果,藏族药材品质受产地区域、采收季节、贮藏以及加工过程的影响很大;再者各生产企业从选材到工艺控制都存在差别,且同一厂家不同批次间也有差别,而通过特征图谱分析对于上述问题均能直观地评价^[8-12]。另

外,原药材在制成饮片、储存及制备工艺过程中不可避免存在损失,挥发油含量过低能否达到理论临床效果值得思考,藏族成药在青海、西藏、云南、甘肃、四川等藏族地区临床用药占据重要地位,成分复杂,有效成分不明确,通过特征图谱研究进行全面的评估,为进一步提高其质量标准体系,严格控制工艺的稳定性提供借鉴^[13-15]。同时也建议生产企业严格把控原料药材的质量,规范生产,不断提高药品质量。

[参考文献]

[1] 尼珍,阿萍,格桑索朗. HPLC 法测定藏药二十五味珍珠丸中西红花苷 I 的含量[J]. 中国药事,2011,31(1):151-153.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:433-434,450-451.

[3] 杜文兵,黄福开,邵杰,等. 七十味珍珠丸药理及临床研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志,2013,19(6):367-371.

[4] 赵立子,金钺,韩晓敏,等. 北京、河北地区荆芥挥发油的 GC 特征图谱[J]. 中成药,2015,37(8):1762-1765.

[5] 魏刚,林双峰,方永奇,等. GC-MS 建立菖冰滴丸特征指纹图谱研究[J]. 中草药,2006,37(10):1056-1058.

[6] 冯丽,刘永利,袁浩,等. 冠心苏合丸特征图谱研究[J]. 中国现代应用药学,2012,29(4):319-322.

[7] 吴芳,乔蓉霞,杨瑞端,等. 牛黄上清丸(片、胶囊)挥发油特征图谱研究[J]. 中成药,2012,34(7):1388-1390.

[8] 任非智,丽敏,付颖,等. 中药指纹图谱色谱技术及其在质量控制中的应用与研究[J]. 河北医药,2010,32(21):3075-3078.

[9] 朱精英,魏丽萍,吴春敏. 中药指纹图谱的研究进展[J]. 海峡药学,2011,23(4):5-8.

[10] HU L F, LI S P, CAO H, et al. GC-MS fingerprint of *Pogostemon cablin* in China [J]. J Pharmaceutic Biomed Anal,2006,42(2):200-206.

[11] 李雯. 浅析影响中药饮片质量的因素及对策[J]. 中国药事,2009,23(3):264-266.

[12] 刘涛,苟小军,郭晓恒,等. 基于中成药工艺与质量控制的再评价模式商建[J]. 中草药,2011,42(10):1873-1877.

[13] 高冠喜,董宙. 中药质量标准化与中药现代化发展的探讨[J]. 中国医药导报,2010,7(2):76-77.

[14] 莫迎,黄艳群. 中成药基本药物质量标准与控制分析[J]. 中国当代医药,2011,18(21):67-69.

[15] 胡汉昆,刘薇芝,刘萍,等. 中药特征图谱技术在中药中的应用[J]. 中成药,2012,34(7):1388-1390.

[责任编辑 顾雪竹]