

# 参苓健体散质量标准研究

章为\*, 李文莉, 丁野, 李晓燕, 罗艳  
(湖南省食品药品检验研究院, 长沙 410001)

[摘要] 目的:提高完善参苓健体散的质量标准。方法:采用薄层色谱法对方中白术、甘草进行定性鉴别;采用高效液相色谱法测定甘草中甘草苷含量,色谱柱为 Diamosil C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相乙腈-0.5%冰醋酸(10:90),流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 276 nm。结果:薄层色谱鉴别专属性强,重复性良好。甘草苷在 0.037 08~0.370 8 μg 有良好的线性关系( $r=0.999\ 8$ )。平均回收率为 101.6%,RSD 1.9%( $n=6$ )。结论:本方法简便、可靠、准确,可用于参苓健体散的质量控制。

[关键词] 参苓健体散;质量标准;甘草苷;薄层色谱;高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)02-0083-03

## Study on Quality Standard for Shenling Jianti Powder

ZHANG Wei\*, LI Wen-li, DING Ye, LI Xiao-yan, LUO Yan

(Hunan Institute for Food and Drug Control, Changsha 410001, China)

[Abstract] **Objective:** To improve the quality standard for Shenling Jianti Powder. **Method:** Rhizoma Atractylodis Macrocephalae and Radix Glycyrrhizae were indentified by TLC. The content of liquiritin in Radix Glycyrrhizae was determined by HPLC. The HPLC system consisted of Diamosil C<sub>18</sub>(4.6 mm×250 mm,5 μm), acetonitrile-0.5% acetic acid(10:90) as mobile phase, flow rate of 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, detection wavelength at 276 nm. **Result:** The method of TLC was simple with strong specificity and good reproducibility. The linear range of liquiritin was 0.037 08-0.370 8 μg( $r = 0.9998$ ). The average recovery rate was 101.6% and RSD was 1.9% ( $n=6$ ). **Conclusion:** The developed method is simple, accurate and suitable for the quality control of Shenling Jianti Powder.

[Key words] Shenling Jianti Powder; quality standard; liquiritin; TLC; HPLC

参苓健体散收载于《卫生部药品标准中药成方制剂》第八册,由茯苓、白术、莲子、甘草等中药组成。具有补气健脾,和胃渗湿之功效。原标准仅有常规检查项和两个理化鉴别<sup>[1]</sup>。为进一步控制药品内在质量,保证临床用药安全有效,本文对其质量标准进行了提高研究,增加了方中白术、甘草的薄层色谱鉴别,用高效液相色谱法测定方中甘草苷含量,并进行了相关方法学研究。

### 1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪(美国安捷伦公

司),CG-300 型超声波清洗器(300 W,25 kHz,江苏张家港港威超声波仪器厂),AE-240 电子天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司),TG16 离心机(长沙英泰仪器有限责任公司)。白术对照药材(批号 120925-200407)、甘草对照药材(批号 120904-200512)及甘草苷对照品(批号 111610-200604)均购于中国药品生物制品检定所,参苓健体散(批号 081115,081125,081135)由湘潭飞鸽药业有限公司提供,硅胶 G(青岛海洋化工厂),乙腈为色谱纯,水为纯化水,其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 TLC 鉴别

**2.1.1 白术 TLC<sup>[2-3]</sup>** 取本品 15 g,加水 30 mL,超声处理 5 min(时时振摇),离心,取上清液,用乙醚振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并乙醚液,挥干,残渣

[收稿日期] 20110909(004)

[基金项目] 国家标准提高行动计划(No.203)

[通讯作者] \*章为,硕士,主管药师,从事药品检验及标准研究,Tel:0731-82275883,E-mail:zw5890@qq.com

加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取白术对照药材 1 g,加水 30 mL,煎煮 30 min,放冷,滤过,滤液自“用乙醚……”起,同法制成对照药材溶液。再取缺白术的阴性样品,同法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10 ~ 20  $\mu\text{L}$ ,对照药材溶液 10  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(7:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 对二甲氨基苯甲醛的 10% 硫酸乙醇溶液,在 105  $^{\circ}\text{C}$  加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。缺白术的阴性对照无干扰。

**2.1.2 甘草 TLC<sup>[2]</sup>** 取本品 15 g,加水 30 mL,超声处理 5 min(时时振摇),离心,取上清液,用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材 0.5 g,加水 30 mL,煎煮 30 min,放冷,滤过,滤液自“用水饱和的正丁醇……”起,同法制成对照药材溶液。再取缺甘草的阴性样品,同法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2010 年版一部附录 VI B)试验,吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 10  $\mu\text{L}$ ,对照药材溶液 5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,使成条状,以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(25:5:10:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,在 105  $^{\circ}\text{C}$  加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。缺甘草的阴性对照无干扰。

## 2.2 含量测定<sup>[2,4]</sup>

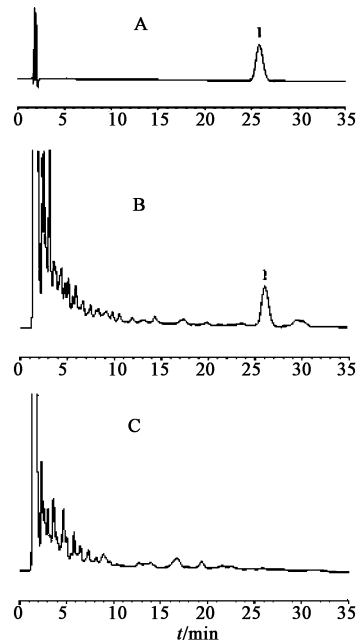
**2.2.1 色谱条件** Diamosil C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm  $\times$  250 mm, 5  $\mu\text{m}$ ),流动相乙腈-0.5% 冰醋酸(10:90),流速 1.0 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>,检测波长 276 nm,柱温 35  $^{\circ}\text{C}$ ,理论板数按甘草苷峰计算不低于 2 000。

**2.2.2 对照品溶液** 取甘草苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成 37.08 mg  $\cdot$  L<sup>-1</sup> 的溶液。

**2.2.3 供试品溶液** 取本品约 5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50% 乙醇 25 mL,密塞,称定质量,超声处理(300 W, 25 kHz) 45 min(时时振摇),放冷,用 50% 乙醇补足减失的质量,摇匀,离心(8 000 r  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 15 min),取上清液,即得。

**2.2.4 空白试验** 取缺甘草的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。将上述 3 种溶液

分别进样 10  $\mu\text{L}$ ,测定,阴性对照无干扰,见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 甘草苷

图 1 参苓健体散 HPLC 色谱图

**2.2.5 线性关系的考察** 精密吸取甘草苷对照品(37.08 mg  $\cdot$  L<sup>-1</sup>) 1, 2, 4, 6, 8, 10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,测定,以峰面积(Y)为纵坐标,对照品进样量(X)为横坐标,绘制标准曲线,其回归方程为  $Y = 1.9429X - 1.7405$  ( $r = 0.9998$ )。结果表明甘草苷在 0.037 08 ~ 0.370 8  $\mu\text{g}$  线性关系良好。

**2.2.6 精密度试验** 精密吸取同一浓度对照品溶液 10  $\mu\text{L}$ ,连续进样 6 次,测得甘草苷峰面积的 RSD 1.3%,结果表明仪器精密度良好。

**2.2.7 稳定性试验** 精密吸取同一供试品溶液,分别于 0, 1, 2, 4, 8, 10, 14, 18 h 进样 10  $\mu\text{L}$ ,测得甘草苷峰面积的 RSD 1.2%,结果表明供试品溶液在 18 h 内稳定。

**2.2.8 重复性试验** 取同一批样品,按上述方法制备 6 份供试品溶液,测得甘草苷平均含量为 0.086 mg  $\cdot$  g<sup>-1</sup>, RSD 1.5%,结果表明本方法重复性良好。

**2.2.9 加样回收率试验** 取已知含量的同一批号(081125)样品(含甘草苷 0.086 mg  $\cdot$  g<sup>-1</sup>)约 2.5 g,精密称定,分别置 6 个具塞锥形瓶中,各精密加入甘草苷对照品适量,依法制备供试品溶液,测定并计算回收率,见表 1。

**2.2.10 样品含量测定** 按上述拟定的方法测定 3 批样品的含量,结果为 0.083, 0.086, 0.084 mg  $\cdot$  g<sup>-1</sup>。

## 3 讨论

白术<sup>[2]</sup>的 TLC 鉴别曾考察了正己烷振摇提取

表1 参苓健体散中甘草苷加样回收率试验

样品中含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.235 6	0.232 4	0.465 9	99.0		
0.237 8	0.232 4	0.478 3	103.4		
0.233 9	0.232 4	0.473 8	103.2	101.6	1.9
0.236 9	0.232 4	0.475 0	102.4		
0.238 9	0.232 4	0.477 2	102.5		
0.236 6	0.232 4	0.467 7	99.4		

法,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(50:1)展开,结果供试品色谱中,未见与对照药材色谱相应位置上的桃红色主斑点(苍术酮),分析原因可能为白术在制剂工艺中采用水煎煮法,挥发性成分提取较为困难。甘草的TLC比较了三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(30:5:10:0.2)、二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(25:5:10:0.2)和三氯甲烷-甲醇-水(7:3:1)3个系统,发现二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(25:5:10:0.2)作为展开剂,分离效果较佳,斑点清晰,阴性无干扰,且毒性较小。茯苓<sup>[5]</sup>的TLC鉴别考察了乙醚振摇提取法,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(10:1:0.2)为展开剂,结果供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上的斑点不明显,不能作为定性依据。莲子<sup>[6]</sup>的TLC鉴别考察了盐酸酸化后二氯甲

烷振摇提取法,以正己烷-丙酮(7:2)为展开剂,结果缺莲子的阴性对照有干扰。

甘草苷的含量测定经比较水、30%乙醇、50%乙醇、70%乙醇、无水乙醇5种提取溶剂;超声处理15,30,45,60 min和回流提取45 min 5种提取方法。结果表明,50%乙醇超声处理45 min提取甘草苷效果最佳。流动相考察了甲醇-0.1%磷酸(30:70)、甲醇-0.5%冰醋酸(30:70)和乙腈-0.5%冰醋酸(10:90),结果按甘草苷峰计算理论板数分别为3 442,3 559,5 991,拖尾因子分别为0.62,0.63和0.96,故选择乙腈-0.5%冰醋酸(10:90)为流动相。

#### [参考文献]

- [1] 卫生部药品标准. 中药成方制剂[S]. 第8册. 1993:107.
- [2] 中国药典. 一部[S]. 2005:351,60,68.
- [3] 李伟,文红梅,崔小兵,等. 白术的化学成分研究[J]. 中草药,2007,38(10):1460.
- [4] 蒋永和,袁继承,李卓亚,等. HPLC法测定小儿七星茶口服液有效成分的含量[J]. 安徽医药,2009,13(11):1337.
- [5] 马睿,代龙,孙明江,等. 白芪龙胶囊的质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(8):52.
- [6] 和芳,唐全红,胡玉霞,等. 康儿灵质量标准研究[J]. 中成药,2010,32(9):1638.

[责任编辑 蔡仲德]

## 《中国中药杂志》2012年征订启事

《中国中药杂志》系中国科协主管,中国药学会主办,中国中医科学院中药研究所承办的综合性中药学术期刊。创刊于1955年7月,是创刊最早、发行量最大的中药学术刊物。《中国中药杂志》全面反映我国中医科研最高学术水平,主要报道该领域新成果、新技术、新方法与新思路,内容包括栽培、资源与鉴定、炮制、药剂、化学、药理、不良反应、临床等。设有专论、综述、研究论文、研究报告、临床、学术探讨、药事管理、经验交流、信息等栏目。主要读者对象为医药领域各级管理部门、研究所、大专院校、企业以及医院等从事医药科研、管理、生产、医院制剂及临床研究等方面的专业人员。

《中国中药杂志》现为半月刊,128页,2012年定价每期30元,全年24期定价为720元。国内刊号11-2272/R,国际刊号1101-5302。

本刊现已全面实现网络编辑办公,如欲投稿或联系本刊、获取本刊各种信息动态请登录中国中药杂志网站 www. ejcmm. com. cn 或 www. 中国中药杂志. com。

联系电话:稿件查询010-64045830转602;主任电话010-64058556;资源与栽培栏编辑:010-64048925;制剂栏编辑:010-64040392;化学栏编辑:010-64040113;药理栏编辑:010-84022522;临床栏编辑:010-64059766;电子杂志制作发行及网上维护:010-64030625。