

防风饮片标准汤剂

曹文正, 苏文龙, 李涵阳, 俞月婷, 苏鑫鑫, 夏赫成, 高红梅*
(长春中医药大学药学院, 长春 130117)

[摘要] **目的:** 制备防风饮片标准汤剂, 并进行质量标准的研究, 为其临床应用及其他饮片标准汤剂的研究提供科学参考。**方法:** 采用传统水煎煮方法, 制备11批防风饮片标准汤剂, 进行pH, 升麻素苷及5-O-甲基维斯阿米醇苷含量的测定, 计算其出膏率与转移率, 并对测定方法可行性进行考察。建立HPLC指纹图谱分析方法, 采用Hypersil ODS2色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相甲醇-进行梯度洗脱, 检测波长254 nm, 流速1 mL·min⁻¹, 柱温25 °C, 并进行相似度评价。**结果:** 11批防风饮片标准汤剂的pH均为5.5, 出膏率在34.3%~46.3%, 平均出膏率为41.4%, 标准偏差为3.7%; 升麻素苷的转移率在66.8%~93.5%, 平均转移率为79.4%, 标准偏差为12.1%; 5-O-甲基维斯阿米醇苷的转移率在70.4%~98.2%, 平均转移率为83.4%, 标准偏差为10.8%。各项方法学考察结果RSD均符合要求。指纹图谱中确定了9个主要共有峰, 其相似度>0.9。**结论:** 该研究建立的质量评价方法稳定性、精密度和重复性良好, 指纹图谱的相似度高, 适用于防风饮片标准汤剂的质量评价, 并且可为其他相关制剂的质量评价提供科学依据。

[关键词] 防风; 标准汤剂; 质量标准; 指纹图谱

[中图分类号] R284.1; R289; R22; R2-031 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2019)14-0192-07

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20190814

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.r.20190103.1544.005.html>

[网络出版时间] 2019-01-07 11:52

Standard Decoction of Saposhnikovia Radix Pieces

CAO Wen-zheng, SU Wen-long, LI Han-yang, YU Yue-ting, SU Xin-xin, XIA He-cheng, GAO Hong-mei*
(School of Pharmaceutical Science, Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130117, China)

[Abstract] **Objective:** To prepare standard decoction of Saposhnikovia Radix pieces, and conduct a study on the quality standards, in order to provide the scientific reference for the study of clinical application and other decoction standard decoctions. **Method:** By the traditional water decocting method, 11 batches of standard decoction of Saposhnikovia Radix pieces were prepared to determine pH, prim-O-glucosylcimifugin and 4'-O-β-D-glucosyl-5-O-methylvisamminol content, calculate the paste rate and transfer rate, and investigate the feasibility of the measurement method. An analytical method for HPLC fingerprint was established. Hypersil ODS2 column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) was adopted and eluted with methanol-water as the mobile phase in a gradient mode. The detection wavelength was 254 nm, the flow rate was 1 mL·min⁻¹, and the column temperature was 25 °C. The fingerprint analysis method was used to evaluate the similarity of the 11 batches of standard decoction of Saposhnikovia Radix pieces. **Result:** Through the determination of 11 batches of standard decoctions of Saposhnikovia Radix pieces, the average pH value was 5.5, the paste-out rates were between 34.3% and 46.3%, and the average paste-out rate was 41.4%, the standard deviation was 3.7%, the transfer rate of prim-O-glucosylcimifugin was 66.8%-93.5%, the average metastasis rate was 79.4%, the standard deviation was 12.1%, the transfer rate of 4'-O-β-D-glucosyl-5-O-methylvisamminol was 70.4%-98.2%, the average transfer

[收稿日期] 20180728(003)

[基金项目] 国家中药标准化项目(ZYBZH-Y-JL-25); 吉林省教育厅“十三五”科学技术研究规划项目(JJKH20170718KJ)

[第一作者] 曹文正, 在读硕士, 从事中药炮制机理研究, E-mail: c124665068@163.com

[通信作者] *高红梅, 博士, 副教授, 从事中药炮制研究, E-mail: 690278770@qq.com

rate was 83.40%, the standard deviation of 10.8%. The results of various methodological studies were consistent with the requirements of RSD. The fingerprinting analysis was performed using similarity evaluation software for traditional Chinese medicine fingerprints, and 9 principal common peaks were identified. The similarity was higher than 0.9. **Conclusion:** The quality evaluation method established in this study has a good stability, precision and repeatability. The fingerprints have a high similarity, which is suitable for the quality evaluation of standard decoctions of *Saposhnikovia Radix* pieces, and can provide the scientific basis for the quality evaluation of other related preparations.

[Key words] *Saposhnikovia Radix*; standard decoction; quality standard; fingerprint

中药饮片标准汤剂是指选取各产区药材,经加工炮制制成合格饮片后,以中医理论为指导,临床应用为基础,参考现代提取方法,再经标准化工艺制备而成的单味中药饮片水煎剂^[1]。中药饮片标准汤剂可用作一种化学基准,同时也可以作为效应基准的阳性对照药品,用来评价不同中药饮片的用药形式,从而用于标准化临床用药^[2]。中药饮片标准汤剂的制备工艺遵循传统汤剂的煎煮工艺原则,整个流程都具有标准化和规范化的特点,从而能确保工艺的统一,更能够进一步保障其质量的稳定和统一,提高了临床用药的准确性和剂量的一致性^[3]。

防风为伞形科植物防风未抽花茎的干燥根^[4],为我国常用大宗药材之一,始载于《神农本草经》,列为上品,性味辛、甘、微温,归膀胱、脾经;具有解表散风、胜湿止痛、祛风止痉之功效^[5]。近年来对防风的文献报道有很多,但基本上集中在化学成分、药理活性、栽培技术及真伪鉴别等方面。如窦红霞等^[6]表明防风中主要含有挥发性、色原酮类、香豆素类、多糖类、有机酸类、聚乙炔类、甘油酯类等成分。李阳等^[7]从防风中分离得到 11 个化合物,并首次从中分离出 4 种新化合物,2-丁氧基乙基亚油酸,(6Z,9Z)-十七烷,32,33,34-三甲基-16-烯-3- β -D-吡喃葡萄糖苷和 5,7-二羟基-2-甲基色原酮。刘双利等^[8]表明防风在解热、镇痛、抗炎、抗菌、抗肿瘤、抗惊厥等方面显示出积极的作用,并在感冒、头痛、消化系统疾病、呼吸系统疾病、皮肤病等临床治疗方面有着显著的疗效。马卉等^[9]通过对防风生长习性及其生长现状的研究,总结出了一系列在栽培方面的规范化技术,如种子质量标准、栽培技术措施、田间管理及病虫害防治等。李海涛等^[10]结合性状鉴别法和显微鉴别法,从头部的残留叶基和断面、木栓层的多少、形成层是否明显、木质部中导管的多少、大型油管的有无和皮层至木质部有无纵向裂隙等方面进行了正品防风及 3 种地方习用品种的鉴别。目前的报道都是针对药材和饮片的单独研究,对其标

准汤剂的研究尚未见报道。

本实验以现有报道的中药饮片标准汤剂研究^[11-18]为对照,选取防风为研究对象,利用 11 批防风饮片制备防风饮片标准汤剂,考察了防风饮片指标成分的含量,标准汤剂的 pH,转移率和出膏率范围,并建立其标准汤剂的 HPLC 指纹图谱^[19-24],旨在为防风饮片标准汤剂的应用和其他中药饮片标准汤剂的研究提供参考数据,同时提高防风配方颗粒的质量控制水平。

1 材料

LC-2030 型高相液相色谱仪(日本岛津公司),Hypersil ODS2 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μ m)(大连依利特分析仪器有限公司),FA1204B 型 1/1 万电子天平(上海精密科学仪器有限公司),SY-2000 型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂),SHB-III 型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司),101-3BS 型电热鼓风干燥箱[邦西仪器科技(上海)有限公司],3K15 型台式高速冷冻离心机(德国 Sigma 公司)。升麻素苷,5-*O*-甲基维斯阿米醇苷对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号 Y24S6H3805, P05M8F35478, 纯度均为 98%)。甲醇为色谱纯(上海星可高纯溶剂有限公司,批号 021270801),水为娃哈哈纯净水,其余试剂均为分析纯。

11 批防风药材及其饮片均由吉林省北药药材加工有限公司提供,具体信息见表 1。

2 方法及结果

2.1 防风饮片制备 取适量防风药材(批号 ffd3-20170816, ffd1z-20170915, ffd1z-20170815, ffd3-20170816)除去杂质洗净后,浸润使药材内外软硬一致,通过弯曲法检查药材软化的程度,然后将其切成厚片,晾干,得防风饮片(标本号 FF-8, FF-9, FF-10, FF-11)。

2.2 防风饮片的检测 按 2015 年版《中国药典》(一部)防风饮片项下的有关规定进行检测,见表 2。

表 1 11 批防风饮片信息

Table 1 Information of 11 batches of Saposhnikoviae Radix pieces

名称	批号	产地	标本号
防风饮片	20161024	黑龙江	FF-1
防风饮片	170401	安徽	FF-2
防风饮片	1504150	河北	FF-3
防风饮片	161001	河北	FF-4
防风饮片	1703233	内蒙古	FF-5
防风饮片	817050011	河北	FF-6
防风饮片	161201	内蒙古	FF-7
防风药材	ffd3-20170816	辽宁省凌源市	FF-8
防风药材	ffd1z-20170915	黑龙江青冈市	FF-9
防风药材	ffd1z-20170815	黑龙江青冈市	FF-10
防风药材	ffd3-20170816	辽宁省凌源市	FF-11

注:样品质量均为 1 kg。

表 2 防风饮片的检测

Table 2 Detection of Saposhnikoviae Radix pieces %

标本号	水分	灰分	浸出物	升麻素苷	5-O-甲基维斯阿米醇苷
FF-1	8.9	4.4	34.6	1.51	1.56
FF-2	8.7	4.5	42.5	1.54	1.39
FF-3	8.9	4.4	40.7	1.69	1.80
FF-4	8.6	4.4	33.9	1.81	0.99
FF-5	7.9	4.8	22.2	2.48	1.72
FF-6	9.0	4.7	35.8	1.79	1.64
FF-7	9.1	4.7	41.5	1.56	1.54
FF-8	10.0	4.6	43.6	2.66	1.73
FF-9	8.8	4.6	43.8	2.24	1.65
FF-10	10.0	4.3	41.7	2.46	2.29
FF-11	10.0	4.3	39.8	3.85	1.93

11 批防风饮片的水分平均值为 9.1%, 总灰分平均值为 4.5%, 浸出物平均值为 38.2%, 升麻素苷质量分数平均值为 2.14%; 5-O-甲基维斯阿米醇苷质量分数平均值为 1.66%, 结果符合 2015 年版《中国药典》要求。

2.3 防风饮片标准汤剂的制备 称取干燥的防风饮片 100 g, 浸泡 30 min 后进行煎煮, 头煎加入 7 倍量水并煎煮 30 min, 二煎加入 6 倍量水煎煮 20 min, 经绢布滤过, 合并两次煎煮液, 将其减压浓缩至 500 mL, 即得。

2.4 供试品溶液的制备 取 2.3 项下所得的 11 批防风饮片的标准汤剂各 0.2 mL 置 2 mL 量瓶中, 定

容后转移至 2 mL 离心管中, 离心 (12 000 r·min⁻¹) 5 min, 取上清液, 即得。

2.5 对照品溶液的制备 取升麻素苷及 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品适量, 精密称定, 分别加甲醇制成每 1 mL 各约含 1 mg 的储备液。取上述升麻素苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品储备液各 120 μL 置 2 mL 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 充分摇匀, 制成每 1 mL 各含约 60 μg 的溶液, 即得。

2.6 HPLC 含量测定

2.6.1 色谱条件 采用 Hypersil ODS2 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 40 °C, 流速 1 mL·min⁻¹; 进样量为对照品 3 μL, 供试品 2 μL^[4]; 流动相水 (A)-甲醇 (B) (60:40), 检测波长为 254 nm。

2.6.2 线性关系考察 取升麻素苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品储备液, 将其用甲醇分别稀释至质量浓度为 80, 30, 10, 5, 2, 1 mg·L⁻¹, 按 2.6.1 项下的色谱条件测定, 进样 3 μL, 以质量浓度 (X) 为横坐标, 峰面积 (Y) 为纵坐标, 绘制标准曲线。得到升麻素苷的线性回归方程为 $Y = 6\,403.7X - 212.77$ ($r = 0.999\,8$), 升麻素苷在 1 ~ 80 mg·L⁻¹ 与峰面积呈良好的线性关系; 5-O-甲基维斯阿米醇苷的线性回归方程为 $Y = 7\,279X - 5\,210.2$ ($r = 0.999\,6$), 5-O-甲基维斯阿米醇苷在 1 ~ 80 mg·L⁻¹ 与峰面积呈良好的线性关系。

2.6.3 稳定性试验 取防风饮片 (标本号 FF-8) 的标准汤剂供试品溶液在放置 0, 1, 4, 6, 12, 24 h 后, 按 2.6.1 项下色谱条件, 进样 2 μL 测定结果升麻素苷峰面积的 RSD 1.0%, 5-O-甲基维斯阿米醇苷峰面积的 RSD 0.9%, 表明防风的供试液在 24 h 内稳定。

2.6.4 精密度试验 取防风饮片 (标本号 FF-8) 标准汤剂的供试品溶液, 按照 2.6.1 项下的色谱条件连续进样 6 次, 每次进样量为 2 μL, 得到升麻素苷峰面积 RSD 0.03%, 5-O-甲基维斯阿米醇苷峰面积 RSD 0.02%, 结果表明仪器精密度良好。

2.6.5 重复性试验 取防风饮片 (标本号 FF-8) 标准汤剂的供试品溶液, 平行取 6 份, 按照 2.6.1 项下的色谱条件, 分别进样 2 μL 进行测定。得到升麻素苷含量的 RSD 0.1%, 5-O-甲基维斯阿米醇苷含量的 RSD 0.1%, 结果表明本方法重复性良好。

2.6.6 回收率试验 取 9 份标准汤剂 (标本号 FF-8) 供试品溶液 2 mL (已知该批供试品溶液中含升麻素苷 0.37 g·L⁻¹, 5-O-甲基维斯阿米醇苷

0.26 g·L⁻¹), 在每 3 份中分别加入 390, 780, 1 170 μL 的升麻素苷对照品溶液(1 g·L⁻¹) 和 280, 560, 840 μL 的 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷对照品溶液(1 g·L⁻¹), 混匀, 按 2.4 项下方法制备, 进样 2 μL, 记录升麻素苷和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷峰面积并计算其含量, 结果表明, 该方法适用于升麻素苷和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷的含量测定。见表 3, 4。

表 3 升麻素苷加样回收率试验

Table 3 Prim-*O*-glucosylcimifugin recovery test results

No.	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.39	1.14	102.6		
2	0.39	1.12	97.4		
3	0.39	1.12	97.4		
4	0.78	1.50	97.4		
5	0.78	1.53	101.3	99.1	1.9
6	0.78	1.50	97.4		
7	1.17	1.90	99.2		
8	1.17	1.90	99.2		
9	1.17	1.91	100.0		

注: 取样量均为 2 mL, 样品中量均为 0.74 mg。

表 4 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷回收率试验

Table 4 4'-*O*-β-*D*-glucosyl-5-*O*-methylvisamminol recovery test results

No.	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
1	0.28	0.81	103.6		
2	0.28	0.79	96.4		
3	0.28	0.80	100.0		
4	0.56	1.07	98.2		
5	0.56	1.08	100.0	99.3	2.0
6	0.56	1.07	98.2		
7	0.84	1.35	98.8		
8	0.84	1.35	98.8		
9	0.84	1.36	100.0		

注: 取样量均为 2 mL, 样品中量均为 0.52 mg。

2.6.7 转移率及出膏率考察 通过用 pH 精密试纸, 对每一批防风饮片标准汤剂平行测定 3 次, 所得结果取平均值, 得到防风饮片标准汤剂的 pH。对防风饮片及其标准汤剂中升麻素苷和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷的含量测定, 根据 2.4 项下相关要求, 制备的防风饮片的标准汤剂, 进样量为 2 μL。按照

2.6.2 项下的线性关系计算升麻素苷和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷的含量, 结果见表 5。

表 5 防风饮片和标准汤剂中升麻素苷和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷质量分数

Table 5 Content of prim-*O*-glucosylcimifugin and 4'-*O*-β-*D*-glucosyl-5-*O*-methylvisamminol in Saposhnikovia Radix pieces and standard decoction

标本号	升麻素苷		5- <i>O</i> -甲基维斯阿米醇苷	
	饮片 /%	标准汤剂 /g·L ⁻¹	饮片 /%	标准汤剂 /g·L ⁻¹
FF-1	1.51	0.27	1.56	0.29
FF-2	1.54	0.29	1.39	0.27
FF-3	1.69	0.24	1.80	0.26
FF-4	1.81	0.24	0.99	0.15
FF-5	2.48	0.33	1.72	0.27
FF-6	1.79	0.26	1.64	0.26
FF-7	1.56	0.30	1.54	0.30
FF-8	2.66	0.37	1.73	0.26
FF-9	2.24	0.38	1.65	0.28
FF-10	2.46	0.34	2.29	0.32
FF-11	3.85	0.72	1.93	0.37

结果表明, 11 批防风饮片标准汤剂的 pH 均为 5.5。防风饮片中的升麻素苷质量分数在 1.51% ~ 3.85%, 平均值为 2.14%; 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷质量分数在 0.99% ~ 2.29%, 平均值为 1.66%; 防风饮片标准汤剂中升麻素苷质量分数在 0.24 ~ 0.72 g·L⁻¹, 平均值为 0.34 g·L⁻¹; 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷的质量分数在 0.15 ~ 0.37 g·L⁻¹, 平均值为 0.28 g·L⁻¹。

2.6.8 防风饮片标准汤剂的出膏率计算 精密称取防风饮片标准汤剂 10 mL, 置已恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 在 105 °C 烘箱干燥 3 h, 取出, 置干燥器中冷却 30 min, 称质量, 计算出膏率, 出膏率(ER) = 干膏量(E)/饮片量(M) × 100%, 见表 6。

2.6.9 防风饮片标准汤剂的转移率计算 根据 2.6.7 项下测定的防风饮片和防风饮片标准汤剂中升麻素苷和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷含量, 计算转移率。转移率(TR) = 汤剂中指定成分量(D)/饮片中指定成分量(S) × 100%, 结果见表 6。

结果显示, 11 批标准汤剂出膏率在 34.3% ~ 46.3%, 平均出膏率为 41.4%, 标准偏差为 3.7%; 升麻素苷的转移率在 66.8% ~ 93.5%, 平均转移率为 79.4%, 标准偏差为 12.1%; 5-*O*-甲基维斯阿米

表 6 防风饮片标准汤剂的出膏率与转移率

Table 6 Creaming rate and transfer rate of standard decoction %

标本号	出膏率	转移率	
		升麻素苷	5-O-甲基维斯阿米醇苷
FF-1	34.3	89.7	92.1
FF-2	37.9	93.5	98.1
FF-3	37.9	69.7	71.8
FF-4	39.7	67.7	73.5
FF-5	42.2	66.8	77.8
FF-6	42.7	71.5	79.8
FF-7	44.9	97.0	98.2
FF-8	43.8	70.2	75.3
FF-9	45.4	83.5	85.0
FF-10	46.3	70.1	70.4
FF-11	40.7	93.3	95.5

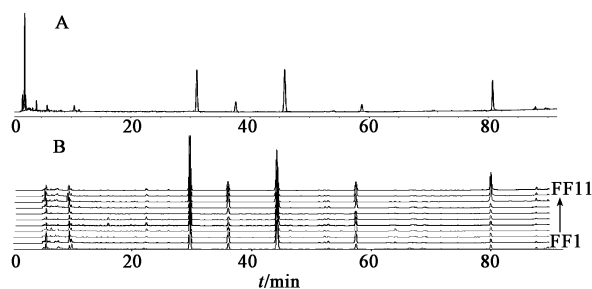
醇苷的转移率在 70.4% ~ 98.2%, 平均转移率为 83.4%, 标准偏差为 10.8%。

2.7 防风饮片标准汤剂指纹图谱

2.7.1 色谱条件 采用 Hypersil ODS2 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 柱温 25 °C; 检测波长 254 nm; 流速 1 mL · min⁻¹; 进样量 10 μL; 流动相为水 (A)-甲醇 (B), 梯度洗脱 (0 ~ 20 min, 10% ~ 30% B; 20 ~ 40 min, 30% ~ 40% B; 40 ~ 60 min, 40% ~ 56% B; 60 ~ 70 min, 56% ~ 75% B; 70 ~ 80 min, 75% ~ 83% B; 80 ~ 90 min, 83% ~ 100% B)。

2.7.2 指纹图谱的采集与分析 按 2.7.1 项下的色谱条件, 得到防风饮片的标准汤剂 HPLC 共有模式和叠加指纹图谱, 见图 1。按 2.7.1 项下的色谱条件测定, 得到对照品升麻素苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷的谱图, 见图 2。图谱采用国家药典委员会所推荐的“中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2012 版”软件进行了色谱峰匹配, 计算谱图的相似度, 得到所有防风饮片标准汤剂的相似度均 > 0.9, 见表 7。共有峰匹配结果显示, 防风饮片标准汤剂的共有峰有 38 个, 峰形好的共有峰有 9 个, 峰面积占总峰面积的 90% 以上, 符合指纹图谱要求。以 5-O-甲基维斯阿米醇苷 (保留时间为 42.35 min) 的色谱峰作为参照峰, 计算 9 个共有峰的相对保留时间 RSD 和相对峰面积 RSD, 见表 8。

测定 11 批防风饮片标准汤剂的指纹图谱, 得到了 9 个主要共有峰, 保留时间分别是 7.18, 29.70, 36.09, 44.22, 52.20, 52.79, 57.42, 79.96, 87.57 min。9 个主要共有峰的相对保留时间 RSD



A. 共有模式; B. 样品

图 1 防风饮片标准汤剂的 HPLC 指纹谱

Fig. 1 HPLC fingerprint of 11 batches of Saposhnikovia Radix pieces standard decoction

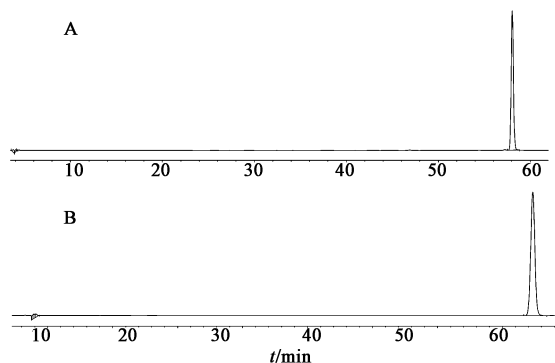


图 2 升麻素苷 (A) 和 5-O-甲基维斯阿米醇苷 (B) 对照品 HPLC

Fig. 2 HPLC diagram of prim-O-glucosylcimifugin (A) and 4'-O-β-D-glucosyl-5-O-methylvisamminol (B) reference substance

的平均值为 0.1%, 相对峰面积 RSD 的平均值为 45.8%。

3 小结与讨论

3.1 小结 本实验对 11 批防风饮片的标准汤剂进行质量研究, 测量了防风饮片标准汤剂的 pH, 又通过测定防风饮片及标准汤剂中指标成分升麻素苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷的含量, 计算防风饮片标准汤剂的出膏率和转移率, 并建立了防风饮片标准汤剂的指纹图谱, 采用国家药典委员会所推荐的“中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2012 版”软件对防风饮片标准汤剂的色谱峰进行匹配, 计算谱图的相似度, 从而确定了各参数变异范围。该项研究为以后防风配方颗粒的研究及其生产提供了基本的数据做支撑, 在使用时结合各个企业现有的设备工艺基础上, 可以减少一定的研究成本, 从而节约了企业的时间与成本。

3.2 讨论

3.2.1 防风饮片标准汤剂制备方法的确定 通过查阅文献得到了药材饮片的各种煎煮方法, 在关于煎煮次数、煎煮时间、煎煮用水量、煎煮前浸泡时间、

表 7 11 批防风饮片标准汤剂的指纹图谱相似度

Table 7 Fingerprint similarity of 11 batches of Saposhnikoviae Radix pieces standard decoction

No.	FF1	FF2	FF3	FF4	FF5	FF6	FF7	FF8	FF9	FF10	FF11	对照
FF-1	1	0.987	0.982	0.964	0.986	0.982	0.983	0.970	0.978	0.972	0.988	0.992
FF-2	0.987	1	0.996	0.965	0.985	0.986	0.994	0.978	0.969	0.961	0.992	0.994
FF-3	0.982	0.996	1	0.957	0.978	0.982	0.993	0.979	0.958	0.950	0.987	0.989
FF-4	0.964	0.965	0.957	1	0.951	0.986	0.972	0.952	0.983	0.986	0.974	0.981
FF-5	0.986	0.985	0.978	0.951	1	0.974	0.977	0.967	0.978	0.966	0.987	0.989
FF-6	0.982	0.986	0.982	0.986	0.974	1	0.992	0.968	0.982	0.981	0.987	0.993
FF-7	0.983	0.994	0.993	0.972	0.977	0.992	1	0.979	0.968	0.962	0.990	0.993
FF-8	0.970	0.978	0.979	0.952	0.967	0.968	0.979	1	0.959	0.952	0.983	0.983
FF-9	0.978	0.969	0.958	0.983	0.978	0.982	0.968	0.959	1	0.998	0.984	0.989
FF-10	0.972	0.961	0.950	0.986	0.966	0.981	0.962	0.952	0.998	1	0.978	0.984
FF-11	0.988	0.992	0.987	0.974	0.987	0.987	0.990	0.983	0.984	0.978	1	0.997
对照	0.992	0.994	0.989	0.981	0.989	0.993	0.993	0.983	0.989	0.984	0.997	1

表 8 防风饮片标准汤剂主要共有指纹峰指标参数

Table 8 Main fingerprint peak index parameters of Saposhnikoviae Radix pieces standard decoction

保留时间 /min	相对保留时间 RSD/%	峰面积	相对峰面积 RSD/%
7.18	0.6	21 965	74.3
29.70	0.1	1 035 253	33.1
36.09	0.1	249 118	39.4
44.22	0.1	1 051 132	33.8
52.20	0.1	23 099	26.7
52.79	0.1	29 169	38.4
57.42	0.1	196 245	36.1
79.96	0.01	199 454	80.6
87.57	0.03	25 481	49.7

煎煮液的滤过筛目数及浓缩方法的确定等,都进行了多种相关的尝试,并结合陈士林撰写的“中药饮片标准汤剂研究策略”,最终决定采用煎煮前浸泡 30 min,头煎用 7 倍量水,煎煮 30 min,二煎用 6 倍量的水,煎煮 20 min,并用绢布过滤,合并两次水煎液,将两次的水煎液用减压浓缩的方法浓缩至 500 mL 的防风饮片标准汤剂的制备方法。

3.2.2 防风饮片质量检查条件的选择 在防风饮片的含量测定中也进行了一些可行的尝试,在关于流动相的选择和比例、流速的大小、检测的波长、进样量体积及柱温箱的温度等方面进行了多种尝试。最终采用 2015 年版《中国药典》(一部)中色谱条件所得到的结果最清晰。

3.2.3 防风饮片标准汤剂指纹图谱条件的选择

在防风饮片标准汤剂的研究过程中,通过对大量中药饮片标准汤剂指纹图谱的文献进行参考,对防风饮片标准汤剂进行相关研究。其中有对中药饮片标准汤剂 pH 的测量,出膏率和转移率的考察,以及不同批次中药饮片标准汤剂指纹图谱相似度的考察。在防风饮片标准汤剂指纹图谱条件的摸索优化中,发现在波长 254 nm,进样量 10 μL,柱温 25 ℃,流速 1 mL·min⁻¹,流动相为水(A)-甲醇(B),梯度洗脱(0~20 min,10%~30% B;20~40 min,30%~40% B;40~60 min,40%~56% B;60~70 min,56%~75% B;70~80 min,75%~83% B;80~90 min,83%~100% B)所得的结果较好。

[参考文献]

- [1] 陈士林,刘安,李琦,等. 中药饮片标准汤剂研究策略[J]. 中国中药杂志,2016,41(8):1367-1375.
- [2] 杨立伟,王海南,耿莲,等. 基于标准汤剂的中药整体质量控制模式探讨[J]. 中国实验方剂学杂志,2018,24(8):1-6.
- [3] 朱广伟,李西文,李琦,等. 基于传统煎药工艺的龙胆饮片标准汤剂制备及质量评价方法研究[J]. 中草药,2017,48(20):4253-4260.
- [4] 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,2015:149.
- [5] 赵博,杨鑫宝,杨秀伟,等. 防风化学成分的研究[J]. 中国中药杂志,2010,35(12):1569-1572.
- [6] 窦红霞,高玉兰. 防风的化学成分和药理作用研究进展[J]. 中医药信息,2009,26(2):15-17.

- [7] 李阳,王旭,李壮壮,等. 防风化学成分分离鉴定[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(15):60-64.
- [8] 刘双利,姜程曦,赵岩,等. 防风化学成分及其药理作用研究进展[J]. 中草药,2017,48(10):2146-2152.
- [9] 马卉,贡济宇. 防风的栽培技术[J]. 世界最新医学信息文摘,2016,16(23):166-167.
- [10] 李海涛,徐安顺,张丽霞,等. 防风及其地方习用品种的性状与显微鉴别[J]. 中药材,2013,36(12):1940-1942.
- [11] 崔文金,焦梦姣,邓哲,等. 黄连饮片标准汤剂的制备及质量标准分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(19):40-45.
- [12] 张鹏,邬兰,李西文,等. 人参饮片标准汤剂的评价及应用探讨[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):2-11.
- [13] 董青,赵嵘,代云桃,等. 红花标准汤剂的质量评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):12-17.
- [14] 全家羽,赵嵘,代云桃,等. 当归标准汤剂质量评价体系的建立[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):18-23.
- [15] 于小红,赵嵘,代云桃,等. 党参标准汤剂质量评价的建立[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):24-29.
- [16] 徐姣,赵嵘,代云桃,等. 栀子标准汤剂的质量评价方法考察[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):30-35.
- [17] 李琦,章军,崔文金,等. 黄芩饮片标准汤剂的制备和质量标准评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):36-40.
- [18] 曹静亚,李晓,宋梦娇,等. 连翘标准汤剂质量评价体系的建立[J]. 中国实验方剂学杂志,2018,24(7):7-12.
- [19] 戴锦娜,陈晓辉,尚红. 防风药材 HPLC 指纹图谱研究[J]. 辽宁中医药大学学报,2012,14(12):185-187.
- [20] 尹雪,黄月纯,魏刚. 黄芪、白术、防风单煎、合煎对玉屏风煎剂 HPLC 指纹图谱的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2009,15(3):1-3.
- [21] 李丽,肖永庆,刘元艳. 防风饮片的 HPLC 指纹图谱[J]. 中国中药杂志,2006,31(15):1284-1285.
- [22] 马丽杰,杨滨,冯学锋,等. 野生与栽培防风中升麻苷和 5-O-甲基维斯阿米醇苷的含量测定及指纹图谱分析[J]. 中国中药杂志,2010,35(13):1731-1734.
- [23] 周蔚昕,刘涛,张佳,等. 川芎饮片标准汤剂指纹图谱研究[J]. 中草药,2018,49(10):2401-2409.
- [24] XU X N,JIANG J H,LIANG Y Z,et al. Chromatographic fingerprint analysis of Fructus Aurantii Immaturus by HPLC-DAD and chemometric methods [J]. J Central South Univ Technol,2011,18(2):353-360.

[责任编辑 顾雪竹]