

如达七味散质量标准的研究

玉 华
(内蒙古民族大学, 内蒙古 通辽 028000)

摘要: **目的** 建立蒙药如达七味散(木香、梔子、荜茇等)的质量标准。**方法** TLC法鉴别木香、梔子、荜茇。HPLC分析采用Inertsil C₁₈色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相甲醇-水(59 : 41);柱温30 ℃;体积流量1.0 mL/min;检测波长225 nm(木香烯内酯、去氢木香内酯)和343 nm(胡椒碱)。**结果** TLC斑点清晰,专属性强。木香烯内酯、去氢木香内酯和胡椒碱分别在76.6 ~ 459.6 ng、123.6 ~ 741.6 ng、130.62 ~ 738.72 ng范围内线性关系良好,平均回收率分别为99.07%、98.87%、99.24%,RSD分别为1.02%、1.58%、1.76%(*n* = 6)。**结论** 该方法精密度高,重复性好,可用于如达七味散的质量控制。

关键词: 如达七味散;木香;梔子;荜茇;木香烯内酯;去氢木香内酯;胡椒碱

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2016)06-1285-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2016.06.017

Quality standard for Ruda Qiwei Powder

YU Hua
(Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028000, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish the quality standard for Mongolian medicine Ruda Qiuwei Powder (*Aucklandiae Radix*, *Gardeniae Fructus*, *Piperis Longi Fructus*, etc.). **METHODS** TLC was applied to identifying *A. Radix*, *G. Fructus* and *P. Longi*. HPLC analysis was performed on a 30 ℃ thermostatic Inertsil C₁₈ column (150 mm × 4.6 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of methanol-water (59 : 41) at a flow rate of 1.0 mL/min, and the detection wavelengths were set at 225 nm for costunolide and dehydrocostus lactone, and 343 nm for piperine. **RESULTS** The clear spots proved the specificity of TLC. Costunolide, dehydrocostus lactone and piperine showed good linear relationships within the ranges of 76.6 – 459.6 ng, 123.6 – 741.6 ng and 130.62 – 738.72 ng. The average recoveries were 99.07%, 98.87% and 99.24% with the RSDs of 1.02%, 1.58% and 1.76% (*n* = 6), respectively. **CONCLUSION** With high precision and good reproducibility, this method can be used for the quality control of Ruda Qiwei Powder.

KEY WORDS: Ruda Qiwei Powder; *Aucklandiae Radix*; *Gardeniae Fructus*; *Piperis Longi Fructus*; costunolide; dehydrocostus lactone; piperine

蒙药如达七味散载自《赤峰市药品标准》,由木香、梔子、石榴皮、瞿麦、砂仁、荜茇、山楂7味药材组成,具有止吐,解痉之功效,主要用于“巴达干”、“宝日”引起的呃逆、呕吐、胃痉挛等症,临床疗效极为显著,沿用至今。然而,目前无该制剂质量标准的研究报道,故本实验采用HPLC法对该药物中的木香烯内酯、去氢木香内酯和胡椒

碱进行测定,同时应用TLC法对木香、梔子和荜茇等进行鉴别,为其后续临床应用及研发提供参考。

1 材料

LC-20ATVP液相色谱仪(包括SPD-M20AVP检测器、Shimadzu-VP色谱工作站)、AUW电子天平(日本岛津公司);KQ-600超声波清洗器

收稿日期: 2015-11-04
基金项目: 内蒙古民族大学科研基金项目(NMD1335)
作者简介: 玉 华(1979—),女,讲师,从事蒙药化学的教学与科研工作。Tel: 15849553184, E-mail: mengyiyuhua@126.com

(40 kHz、600 W，昆山市超声仪器有限公司)；DHG-9070 电热恒温鼓风干燥箱（上海精宏实验设备有限公司）；ZF-I 三用紫外分析仪（上海银泽仪器设备有限公司）。木香烯内酯（批号 111524-201208）、去氢木香内酯（批号 111525-201209）、胡椒碱（批号 110775-201105）、梔子苷（批号 110749-201316）对照品（中国食品药品检定研究院）。蒙药如达七味散（批号分别为 131125、140428、130720，内蒙古赤峰市巴林右旗蒙医院）。

2 TLC 鉴别

2.1 木香 取样品及相应的阴性样品各约 2.0 g，加甲醇 15 mL，超声处理 30 min，过滤，滤液蒸干，2 mL 甲醇溶解，即得供试品溶液。另取木香烯内酯和去氢木香内酯，加甲醇配成 1.0 mg/mL 溶液。各吸取 6 μL，点于同一硅胶 G 薄层板上，丙酮-环己烷（3：10）预饱和 25 min 并上行展开至 12 cm 后取出，晾干，5% 香草醛硫酸溶液显色，适当温度加热至斑点清晰，结果见图 1。由图可知，在对照品与供试品相应的位置处，显示相同颜色斑点，阴性样品无干扰^[1]。

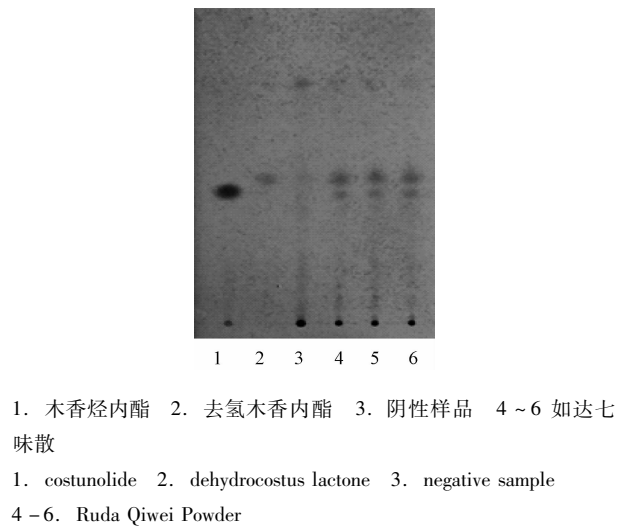


图 1 木香的 TLC 色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Aucklandiae Radix*

2.2 梔子 取样品及相应的阴性样品各约 1.5 g，分别加甲醇 10 mL，超声处理 30 min，过滤，滤液蒸干，1.5 mL 甲醇溶解，即得供试品溶液。另取梔子苷，加甲醇配成 1.0 mg/mL 溶液。各吸取 8 μL，点于同一硅胶 G 薄层板上，甲酸-丙酮-乙酸乙酯-水（1：5：5：1）预饱和 20 min 并上行展开至 12 cm 后取出，晾干，置 365 nm 紫外光灯下检视，结果见图 2。由图可知，在对照品与供

1286

试品相应的位置处，显示相同颜色斑点，阴性样品无干扰^[2-3]。

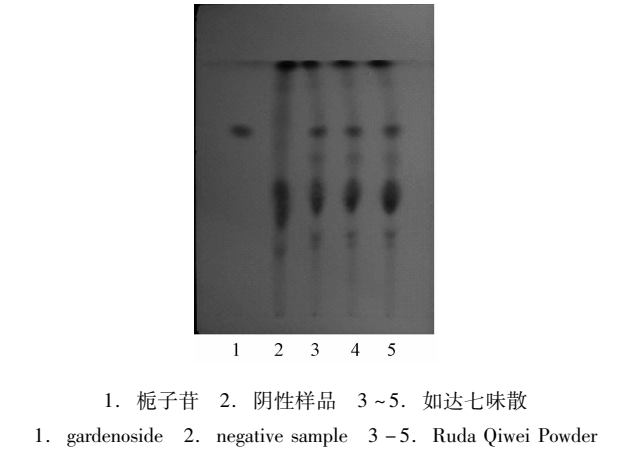


图 2 梔子的 TLC 色谱图

Fig. 2 TLC chromatogram of *Gardeniae Fructus*

2.3 荜茇 取样品及相应的阴性样品各约 1.0 g，加无水乙醇 10 mL，超声处理 30 min，滤液蒸干，1.0 mL 甲醇溶解，即得供试品溶液。另取胡椒碱，加无水乙醇配成 1.2 mg/mL 溶液。各吸取 5 μL，点于同一硅胶 G 薄层板上，丙酮-乙酸乙酯-甲苯（1：2：7）预饱和 30 min 并上行展开至 12 cm 后取出，晾干，10% 硫酸乙醇溶液显色，适当温度加热至斑点清晰，结果见图 3。由图可知，在对照品与供试品相应的位置处，显示相同颜色斑点，阴性样品无干扰^[4]。

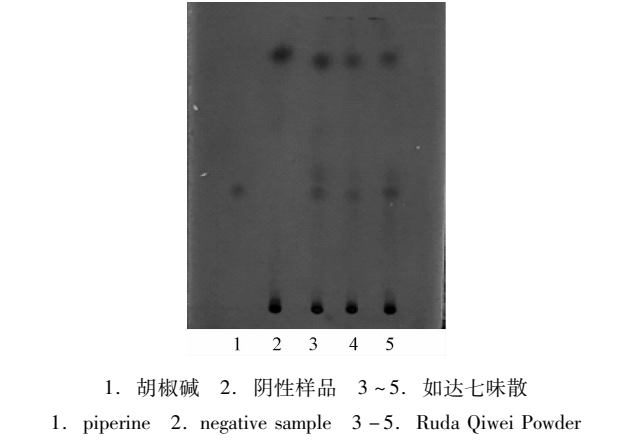


图 3 荜茇的 TLC 色谱图

Fig. 3 TLC chromatogram of *Piperis Longi Fructus*

3 木香烯内酯、去氢木香内酯和胡椒碱含有量的测定^[5-10]

3.1 色谱条件 Inertsil-C₁₈ 色谱柱（150 mm × 4.6 mm，5 μm）；流动相为甲醇-水（59：41）；体积流量 1.0 mL/min；柱温 35 ℃；木香烯内酯、

去氢木香内酯的检测波长 225 nm，在保留时间 15 min时变换胡椒碱的检测波长 343 nm；进样量 10 μL。

3.2 对照品溶液的制备 精密称取木香烃内酯和去氢木香内酯对照品适量，加甲醇配成含 30.64 μg/mL木香烃内酯和 49.44 μg/mL 去氢木香内酯的溶液。再精密称取胡椒碱对照品适量，加甲醇配成 52.248 μg/mL 溶液，即得。

3.3 供试品溶液的制备 精密称取样品 1.0 g，置于具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50 mL，称定质量，密塞过夜，超声处理 30 min，放冷，甲醇补足减失的质量，取续滤液，0.45 μm 微孔滤膜过滤，即得。

3.4 阴性溶液的制备 按处方量制备缺相应药材的样品，按“3.3”项下方法制备。

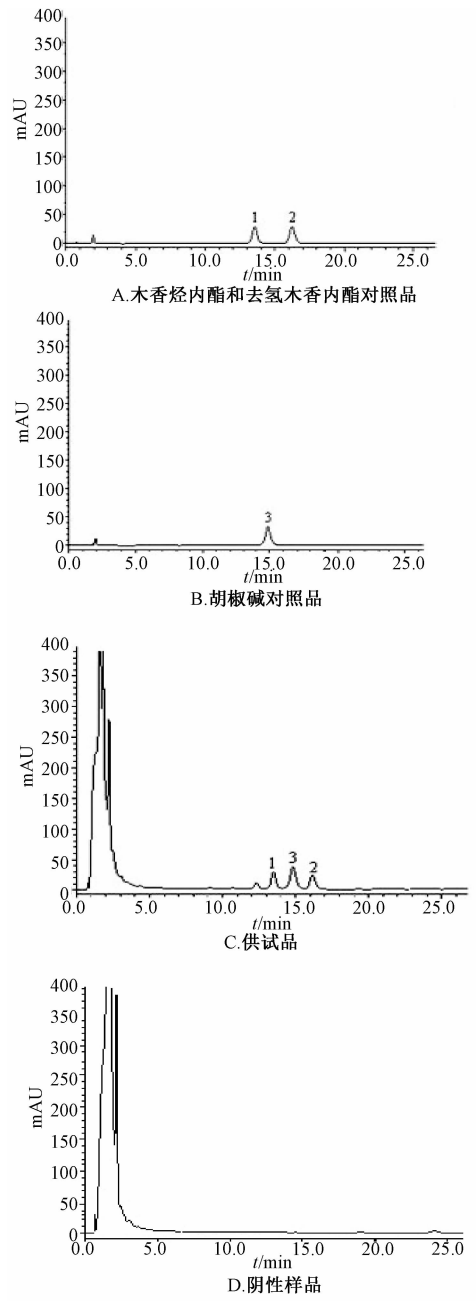
3.5 专属性考察 精密吸取上述溶液各 10 μL，在“3.1”项色谱条件下分别注入仪器，结果见图 4。由图可知，供试品溶液与木香烃内酯、去氢木香内酯和胡椒碱色谱峰处均有吸收峰，而阴性样品无干扰。

3.6 线性关系考察 精密吸取木香烃内酯、去氢木香内酯的混合溶液和胡椒碱溶液 2.5、5.0、7.5、10.0、12.5、15.0 μL，注入 HPLC 色谱仪，以峰面积为纵坐标（Y），进样量为横坐标（X）进行回归，得到三者的回归方程分别为 $Y = 1\,882.3X + 1\,691.3$ （ $r = 0.999\,8$ ）， $Y = 1\,278.4X + 5\,906.1$ （ $r = 0.999\,9$ ）， $Y = 7\,097.9X - 18\,705$ （ $r = 0.999\,8$ ），分别在 76.6 ~ 459.6、123.6 ~ 741.6、130.62 ~ 738.72 ng 范围内线性关系良好。

3.7 精密度试验 精密吸取 3 个对照品溶液 10 μL，连续注入仪器 6 次，记录峰面积。结果，木香烃内酯、去氢木香内酯和胡椒碱峰面积 RSD 分别为 1.09%、1.28%、1.26%，表明仪器精密度良好。

3.8 稳定性试验 取同一样品溶液 10 μL，分别于 0、2、4、6、8、10、12 h 进样。结果，木香烃内酯、去氢木香内酯和胡椒碱峰面积 RSD 分别为 1.23%、1.52%、0.77%，表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

3.9 重复性试验 取同一样品约 1.0 g，按“3.3”项下方法制备 6 份供试品溶液，在“3.1”项条件下测定。结果，木香烃内酯、去氢木香内酯和胡椒碱峰面积 RSD 分别为 0.65%、1.70%、0.80%，表明该方法重复性良好。



1. 木香烃内酯 2. 去氢木香内酯 3. 胡椒碱
1. costunolide 2. dehydrocostus lactone 3. piperine

图 4 HPLC 色谱图
Fig. 4 HPLC chromatograms

3.10 加样回收率试验 取含有量已知的样品 0.5 g，精密加入 0.124 4、0.076 6 和 0.082 4 mg/mL对照品贮备液，按“3.3”项下方法制备 6 份供试品溶液，进行测定，结果见表 1。

3.11 含有量测定 取 3 批样品，每批约 1.0 g，按“3.3”项下方法制备供试品溶液，测定木香烃内酯、去氢木香内酯、胡椒碱的含有量，结果见表 2。

表 1 加样回收率试验结果 (n=6)
Tab. 1 Results of recovery tests (n=6)

成分	称样量/ g	原有量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回收 率/% (RSD/%)
木香烃 内酯	0.503 4	0.872 4	0.873 9	1.740 0	99.63	99.07 (1.02)
	0.506 5	0.877 8	0.873 9	1.745 6	99.65	
	0.509 0	0.882 1	0.873 9	1.720 0	97.94	
	0.500 2	0.866 7	0.873 9	1.740 0	97.66	
	0.504 1	0.873 6	0.873 9	1.740 1	99.58	
去氢木 香内酯	0.502 5	0.870 8	0.873 9	1.744 8	100.10	98.87 (1.58)
	0.503 4	1.279 6	1.281 9	2.562 0	100.20	
	0.506 5	1.287 5	1.281 9	2.571 2	100.70	
	0.509 0	1.293 9	1.281 9	2.560 1	99.39	
	0.500 2	1.271 5	1.281 9	2.425 8	95.00	
胡椒碱	0.504 1	1.281 4	1.281 9	2.563 0	98.77	99.24 (1.76)
	0.502 5	1.277 4	1.281 9	2.559 7	99.98	
	0.503 4	1.316 9	1.330 0	2.646 0	99.96	
	0.506 5	1.330 1	1.330 0	2.652 1	100.00	
	0.509 0	1.336 7	1.330 0	2.660 1	99.95	
	0.500 2	1.313 6	1.330 0	2.640 0	98.61	
	0.504 1	1.323 8	1.330 0	2.651 0	98.40	
	0.502 5	1.319 6	1.330 0	2.640 0	98.52	

表 2 含有量测定结果
Tab. 2 Results of content determination

批号	木香烃内酯/ (mg·g ⁻¹)	去氢木香内酯/ (mg·g ⁻¹)	胡椒碱/ (mg·g ⁻¹)
131125	1.727	2.502	2.619
140428	1.907	2.787	2.739
130720	1.690	2.391	2.438

4 讨论

4.1 TLC 鉴别木香展开剂的选择 本实验考察甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸（10：1：0.1）、环己烷-醋酸乙酯（17：3）、甲苯-乙酸乙酯（19：1）、石油醚（60~90℃）-醋酸乙酯-苯（7：1.5：1.5）、环己烷-丙酮（10：3）等展开系统，发现环己烷-丙酮（10：3）的效果最好，故选用该展开系统。

4.2 提取方法的选择 对 70℃ 恒温水浴加热回流提取 1、1.5 h，以及冷浸过夜超声提取 30、40 min

2 种提取方法进行比较，发现无显著差异。综合考虑，选择冷浸过夜超声提取 30 min。

4.3 流动相比比例的选择 以不同比例（65：35、60：40、58：42、57：43、59：41）甲醇-水进行分析，发现比例为 59：41 时分离度最佳，而且峰形良好，故选择其作为流动相。

5 结论

本实验采用 HPLC 法和 TLC 法，对蒙药如达七味散进行含有量测定和定性鉴别，该方法操作简单，重复性良好，准确可靠，可为该药物的质量标准建立及其开发应用提供实验基础。

参考文献：

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：2010 年版一部[S]. 北京：中国医药科技出版社，2010：231.

[2] 胡亚男. 清开灵滴丸中梔子苷的 HPLC 含量测定研究[J]. 中国实用医药，2014，9(2)：252-253.

[3] 那 莎，郭国田. 梔子及其有效成分药理研究进展[J]. 中国中医药信息杂志，2005，1(1)：90-92.

[4] 李秋萍，郗砚彬，翟文文，等. HPLC 同时检测姜黄素-胡椒碱复方自微乳中姜黄素和胡椒碱的含量[J]. 药物分析杂志，2014，34(11)：1964-1968.

[5] 王海宁. HPLC 法测定六味木香胶囊中木香烃内酯和去氢木香内酯[J]. 中草药，2014，45(16)：1349-2351.

[6] 苗明三，李振国，陈隋清. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京：人民卫生出版社，2000.

[7] 何 洋，孙 悦，黄娟萍. HPLC 法同时测定加味香连丸中木香烃内酯和去氢木香内酯的含量[J]. 药物分析杂志，2011，31(2)：222-224.

[8] 王战国，赖先荣，肖莹莹，等. 川木香质量标准研究[J]. 成都中医药大学学报，2006，29(1)：54-56.

[9] 吕露阳，刘 圆，张志锋，等. 藏族验方制剂六味木香丸的质量控制研究[J]. 西南师范大学学报：自然科学版，2013，38(6)：63-67.

[10] 吴 坚，吉 灵，王丽芳，等. HPLC 波长切换法测定止痛片中芍药苷与胡椒碱的含量[J]. 中国实验方剂学杂志，2013，19(15)：140-142.