

HPLC法测定并比较茵陈蒿煎剂与其配方颗粒中有效成分的含量[△]

林伟豪^{1*}, 陈连剑^{2#}, 高崇凯³, 吴婵娟¹(1.深圳市坪山新区人民医院药剂科, 广东深圳 518118; 2.深圳市第四人民医院药学部, 广东深圳 518033; 3.广东药科大学药系, 广州 510006)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)15-2102-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.15.29

摘要 目的:建立测定茵陈蒿煎剂与其配方颗粒中大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚、栀子苷、绿原酸含量的方法,比较茵陈蒿煎剂与其配方颗粒中上述成分含量的差异。方法:采用高效液相色谱法(HPLC)测定煎剂中大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的含量:色谱柱为Ecosil C₁₈,流动相为乙腈-0.5%磷酸(梯度洗脱),流速为1 ml/min,检测波长为254 nm,柱温为35 ℃,进样量为20 μl;采用HPLC法测定煎剂中栀子苷的含量:色谱柱为Ecosil C₁₈,流动相为乙腈-水(13:87, V/V),流速为1 ml/min,检测波长为238 nm,柱温为35 ℃,进样量为20 μl;采用HPLC法测定煎剂中绿原酸的含量:色谱柱为Ecosil C₁₈,流动相为乙腈-0.5%磷酸(10:90, V/V),流速为1 ml/min,检测波长为327 nm,柱温为35 ℃,进样量为20 μl。结果:大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚、栀子苷、绿原酸检测质量浓度线性范围分别为2~20 μg/ml($r=0.996\ 5$)、5.2~52.0 μg/ml($r=0.998\ 5$)、2.6~26.0 μg/ml($r=0.999\ 9$)、1.0~10.4 μg/ml($r=0.999\ 9$)、1.0~10.0 μg/ml($r=0.999\ 8$)、20~200 μg/ml($r=0.999\ 9$)、20~200 μg/ml($r=0.999\ 9$);精密性、稳定性、重复性试验的RSD<3%;回收率分别为91.1%~96.9%(RSD=2.0%, $n=6$)、93.9%~96.1%(RSD=0.8%, $n=6$)、90.9%~93.4%(RSD=1.2%, $n=6$)、88.5%~92.7%(RSD=1.8%, $n=6$)、82.1%~87.9%(RSD=2.5%, $n=6$)、100.4%~102.0%(RSD=0.7%, $n=6$)、101.1%~102.2%(RSD=0.4%, $n=6$)。结论:该方法操作简便、稳定、重复性好,可用于茵陈蒿煎剂与其配方颗粒中有效成分含量的同时测定。茵陈蒿配方颗粒有效成分含量明显高于其煎剂。

关键词 茵陈蒿煎剂; 配方颗粒; 高效液相色谱法

Contents Determination and Comparison of Active Ingredients in the Yinchenhao Decoction and Its Dispensing Granule by HPLC

LIN Weihao¹, CHEN Lianjian², GAO Chongkai³, WU Chanjuan¹(1.Dept. of Pharmacy, Pingshan New District People's Hospital of Shenzhen, Guangdong Shenzhen 518118, China; 2.Dept. of Pharmacy, Shenzhen Municipal Fourth People's Hospital, Guangdong Shenzhen 518033, China; 3.Dept. of Pharmacy, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the contents determination of emodin, rhein, aloee-emodin, chrysophanol, physcion, geniposide, chlorogenic acid in Yinchenhao decoction and its dispensing granule, and to compare the difference among the above-mentioned ingredients. METHODS: HPLC was adopted to determine the contents of emodin, rhein, aloee-emodin, chrysophanol and physcion: the column was Ecosil C₁₈ with mobile phase of acetonitrile-0.5% phosphoric acid (gradient elution) at a flow rate of 1 ml/min, the detection wavelength was 254 nm, column temperature was 35 ℃, and injection volume was 20 μl. When determining the content of geniposide by HPLC, the column was Ecosil C₁₈ with mobile phase of acetonitrile - water (13:87, V/V) at a flow rate of 1 ml/min, the detection wavelength was 238 nm, column temperature was 35 ℃, and injection volume was 20 μl. When determining the content of chlorogenic acid by HPLC, the column was Ecosil C₁₈ with mobile phase of acetonitrile - 0.5% phosphoric acid (10:90, V/V) at a flow rate of 1 ml/min, the detection wavelength was 327 nm, column temperature was 35 ℃, and injection volume was 20 μl. RESULTS: The linear range was 2-20 μg/ml for emodin ($r=0.996\ 5$), 5.2-52.0 μg/ml for rhein ($r=0.998\ 5$), 2.6-26.0 μg/ml for aloee-emodin ($r=0.999\ 9$), 1.0-10.4 μg/ml for chrysophanol ($r=0.999\ 9$), 1.0-10.0 μg/ml for physcion ($r=0.999\ 8$), 20-200 μg/ml for geniposide ($r=0.999\ 9$), 20-200 μg/ml for chlorogenic acid ($r=0.999\ 9$); RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 3%; recoveries were 91.1%-96.9%(RSD=2.0%, $n=6$) for emodin, 93.9%-96.1%(RSD=0.8%, $n=6$) for rhein, 90.9%-93.4%(RSD=1.2%, $n=6$) for aloee-emodin, 88.5%-92.7%(RSD=1.8%, $n=6$) for chrysophanol, 82.1%-87.9%(RSD=2.5%, $n=6$) for physcion, 100.4%-102.0%(RSD=0.7%, $n=6$) for geniposide, 101.1%-102.2%(RSD=0.4%, $n=6$) for chlorogenic acid. CONCLUSIONS: The method is simple, stable and reproducible, and can be used for the simultaneous contents determination of active ingredients in Yinchenhao decoction and its dispensing granule. The contents of active ingredients in Yinchenhao dispensing granule are obviously higher than those in its decoction.

KEYWORDS Yinchenhao decoction; Dispensing granule; HPLC

[△] 基金项目:广东省中医药强省科研课题(No.20142125)

* 副主任药师。研究方向:临床药学。E-mail:1401789724@qq.com

com

通信作者:主任药师。研究方向:临床药学。E-mail:ftdsfy@qq.com

com

慢性乙型肝炎常见证型有肝郁气滞证、肝胆湿热证、肝郁脾虚证、脾胃虚弱证、肝肾阴虚证、脾肾阳虚证、气滞血瘀

证。茵陈蒿煎剂临床多用于治疗肝胆湿热证型慢性乙型肝炎^[1],煎液由茵陈蒿、栀子、大黄饮片先浸泡后煎煮而成,优点是适应中医辨证施治的特点,随症加减用量,缺点是服用不方便、煎药质量不稳定、有效成分煎出率低、剂量大、浪费药材等^[2]。中药配方颗粒是传统的单味中草药材在现代高科技下经过加工提取、浓缩、干燥等多种工序所研制的新型中药形式^[2],茵陈蒿煎剂配方颗粒是由茵陈、栀子、大黄饮片经制剂工艺得到的中药单味配方颗粒。它既保持了煎剂吸收快、显效迅速等优点,又克服了煎剂需要临时煎煮、耗时耗能、时间长易酸败变质等缺点,剂量准确、质量稳定可控、快捷方便,是对传统中药煎剂改革的一种尝试和有效的补充^[3]。

目前尚未有茵陈蒿煎剂与其配方颗粒中有效成分差异研究的报道,本研究选取高效液相色谱(HPLC)法检测煎剂与其配方颗粒所含大黄中大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚,栀子中栀子苷,茵陈中绿原酸的含量,并比较茵陈蒿煎剂与其配方颗粒在有效成分高低、批间稳定性上的差异。

1 材料

1.1 仪器

1100 型 HPLC 仪,包括紫外检测器(美国 Agilent 公司);BP 型电子天平(德国 Sartorius 公司)。

1.2 药品与试剂

栀子苷对照品(批号:110749-201316,纯度:97.5%)、绿原酸对照品(批号:110753-201415,纯度:96.2%)、大黄素对照品(批号:110756-200110,纯度:100%)、大黄酸对照品(批号:110757-200206,纯度:100%)、芦荟大黄素对照品(批号:110795-201007,纯度:98.0%)、大黄酚对照品(批号:110796-201319,纯度:99.6%)、大黄素甲醚对照品(批号:110758-201415,纯度:99.1%)均购自中国食品药品检定研究院;试验所用试剂均为分析纯,水为纯化水。

1.3 饮片与配方颗粒

大黄、栀子、茵陈蒿饮片(批号均为 20141201、20141101、20150101)均购自国药控股广西中药饮片有限公司;大黄免煎颗粒(批号:409364T、411517T、312079T,规格:2.5 g/袋);栀子免煎颗粒(批号:407018T、412044T、410006T,规格:1.0 g/袋);茵陈免煎颗粒(批号:412270T、411321T、411322T,规格:1.3 g/袋)均购自广东一方制药有限公司。

2 方法与结果

2.1 大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚含量测定

2.1.1 色谱条件 色谱柱:Ecosil C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为乙腈(A)-0.5%磷酸(B),梯度洗脱(洗脱程序见表 1);流速:1 ml/min;检测波长:254 nm;柱温:35 ℃;进样量:20 μl。

2.1.2 混合对照品溶液的制备 取大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品适量,加甲醇溶解并用水稀释

制成大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚质量浓度分别为 4、10、4、2、1 μg/ml 的混合对照品溶液。

表 1 梯度洗脱程序

Tab 1 Gradient elution procedure

时间,min	A,%	B,%
0	10	90
5	10	90
30	65	35
50	90	10
51	10	90

2.1.3 供试品溶液的制备 (1)配方颗粒溶液:取茵陈免煎颗粒约 1.3 g(约相当于药材 1.5 g)、大黄免煎颗粒约 0.42 g(约相当于药材 1.0 g)、栀子免煎颗粒约 1.2 g(约相当于药材 1.2 g),置于 100 ml 量瓶中,加沸水振荡使溶解,放冷,滤过,取续滤液 5 ml,置于 50 ml 量瓶中,加水定容,即得;(2)煎剂:取茵陈饮片约 1.5 g,加水 80 ml,浸泡 1 h;取大黄约 1.0 g、栀子约 1.2 g,加水 20 ml,浸泡 1 h。茵陈先煎煮 30 min,后加入大黄和栀子煎煮至沸腾,滤过药液,加水稀释至 200 ml,作为供试品溶液。

2.1.4 阴性对照溶液的制备 取茵陈饮片约 1.5 g,加水 80 ml,浸泡 1 h;取栀子饮片约 1.2 g,加水 20 ml,浸泡 1 h。茵陈饮片先煎煮 30 min,后加入栀子饮片煎煮至沸腾,滤过药液,加水稀释至 200 ml,作为阴性对照溶液。

2.1.5 系统适用性试验 精密吸取“2.1.2”“2.1.3”“2.1.4”项下混合对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各 20 μl,分别按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果,供试品溶液色谱中,在与混合对照品溶液色谱相应保留时间处有相应色谱峰,阴性对照溶液在此保留时间处无相应色谱峰,表明其对检测无干扰。色谱见图 1。

2.1.6 线性关系考察 分别精密量取“2.1.2”项下混合对照品溶液以流动相倍比稀释,制成系列对照品溶液。精密量取上述系列对照品溶液各 20 μl,按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚质量浓度(x, μg/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程与线性范围,详见表 2。

2.1.7 精密度试验 取“2.1.2”项下混合对照品溶液适量,按“2.1.1”项下色谱条件连续进样测定 6 次,记录峰面积。结果,大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积的 RSD 分别为 0.3%、0.2%、0.5%、0.4%、2.9%(n=6),表明仪器精密度良好。

2.1.8 稳定性试验 取“2.1.3”项下供试品溶液(批号:409364T)适量,分别于室温下放置 0、2、4、8、12 h 时进样测定,记录峰面积。结果,大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积的 RSD 分别为 0.3%、0.4%、0.5%、1.1%、4.1%(n=5),表明供试品溶液在 12 h 内基本稳定。

2.1.9 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:409364T)适量,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,共 6 份,再按“2.1.1”项

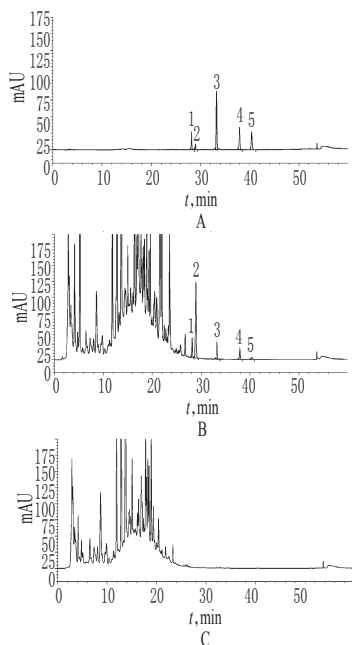


图1 大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的高效液相色谱图

A.混合对照品;B.供试品;C.阴性对照;1.大黄素;2.大黄酸;3.芦荟大黄素;4.大黄酚;5.大黄素甲醚

Fig 1 HPLC chromatograms of emodin, rhein, aloemodin, chrysophanol, physcion

A.mixed reference substance; B.test sample; C.negative control; 1.emodin; 2.rhein; 3.aloe-emodin; 4.chrysophanol; 5.physcion

表2 回归方程与线性范围

Tab 2 Regression equation and linear range

待测成分	回归方程	r	线性范围, $\mu\text{g/ml}$
大黄素	$y=298.63x-11.396$	0.996 5	2~20
大黄酸	$y=94.516x-14.191$	0.998 5	5.2~52.0
芦荟大黄素	$y=79.577x-13.739$	0.999 9	2.6~26.0
大黄酚	$y=99.235x+1.2034$	0.999 9	1.0~10.4
大黄素甲醚	$y=51.588x+23.043$	0.999 8	1.0~10.0

下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚峰面积的RSD分别为0.8%、0.9%、1.2%、1.6%、2.3% ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.1.10 回收率试验 取一定质量的大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量并计算回收率,结果见表3。

2.1.11 样品中5种成分含量测定 取6批样品各适量,分别按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量,结果见表4。

2.2 栀子苷含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱:Ecosil C_{18} (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm); 流动相:乙腈-水 (13:87, V/V); 流速:1 ml/min; 检测波长:238 nm; 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$; 进样量:20 μl 。

2.2.2 对照品溶液的制备 取栀子苷对照品约10 mg,精密称

定,加甲醇溶解并用水稀释制成每1 ml含栀子苷0.02 mg的对照品溶液。

表3 大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚的回收率试验结果 ($n=6$)

Tab 3 Results of recovery test of 5 emodin, rhein, aloemodin, chrysophanol, physcion ($n=6$)

待测成分	加入量,mg	测得量,mg	回收率,%	回收率平均值,%	RSD,%
大黄素	4.252	3.99	93.8	94.0	2.0
	4.252	3.875	91.1		
	4.252	4.008	94.3		
	4.252	4.012	94.4		
	4.252	4.121	96.9		
大黄酸	10.520	3.985	93.7	95.2	0.8
	10.520	10.001	95.1		
	10.520	9.98	94.9		
	10.520	10.09	95.9		
	10.520	9.881	93.9		
芦荟大黄素	10.520	10.106	96.1	91.9	1.2
	10.520	10.100	95.2		
	4.164	3.889	93.4		
	4.164	3.790	91.0		
	4.164	3.789	91.0		
大黄酚	4.164	3.786	90.9	89.4	1.8
	4.164	3.873	93.0		
	4.164	3.839	92.2		
	2.122	1.886	88.9		
	2.122	1.968	92.7		
大黄素甲醚	2.122	1.877	88.5	86.2	2.5
	2.122	1.889	89.0		
	2.122	1.879	88.5		
	2.122	1.887	88.9		
	1.020	0.887	87.0		

表4 样品含量测定结果 ($n=3$, mg/g)

Tab 4 Results of ample content determination ($n=3$, mg/g)

样品批号	芦荟大黄素	大黄酸	大黄素	大黄酚	大黄素甲醚
409364T	0.08	0.43	0.02	0.05	0.02
411517T	0.12	0.74	0.03	0.04	0.01
312079T	0.15	0.94	0.04	0.05	0.02
CA141201	0.11	0.69	0.01	0.02	0.002
CA141101	0.05	0.27	0.005	0.02	0
CA150101	0.09	0.43	0.01	0.03	0.01

2.2.3 供试品溶液的制备 按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 取茵陈饮片约1.5 g,加水80 ml,浸泡1 h;取大黄饮片约1.0 g,加水20 ml,浸泡1 h。茵陈饮片先煎煮30 h,后加入大黄饮片煎煮至沸腾,滤过药液,加水稀释至200 ml,作为阴性对照溶液。

2.2.5 系统适用性试验 精密吸取“2.2.2”“2.2.3”“2.2.4”项下对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各20 μl ,分别按

“2.2.1”项下色谱条件测定,记录色谱图。结果,供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应保留时间处有相应色谱峰,阴性对照溶液在此保留时间处无相应色谱峰,表明其对检测无干扰。色谱见图2。

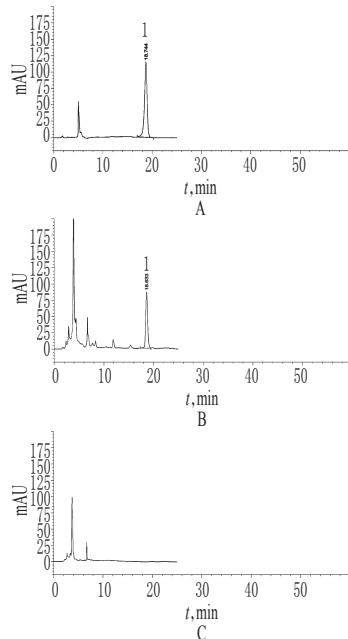


图2 栀子苷的高效液相色谱图

A.对照品;B.供试品;C.阴性对照;1.栀子苷

Fig 2 HPLC chromatograms of gardenoside

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

2.2.6 线性关系考察 精密量取“2.2.2”项下对照品溶液以流动相倍比稀释,制成系列对照品溶液。精密量取上述系列对照品溶液各20 μl,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以栀子苷质量浓度($x, \mu\text{g/ml}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程为 $y=40163x+42.022$ ($r=0.9999$)。结果表明,栀子苷检测质量浓度线性范围为20~200 μg/ml

2.2.7 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测定6次,记录峰面积。结果,栀子苷峰面积的RSD=1.2% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.2.8 稳定性试验 取“2.2.3”项下供试品溶液(批号:409364T)适量,分别于室温下放置0、2、4、8、12 h时进样测定,记录峰面积。结果,栀子苷峰面积的RSD=1.4% ($n=5$),表明供试品溶液在12 h内基本稳定。

2.2.9 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:409364T)适量,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,栀子苷峰面积的RSD=1.8% ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.2.10 回收率试验 取一定质量的栀子苷对照品,按“2.1.3”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,计算样品含量并计算回收率,结果见表5。

表5 栀子苷的回收率试验结果($n=6$)

Tab 5 Results of recovery test of gardenoside ($n=6$)

加入量,mg	测得量,mg	回收率,%	回收率平均值,%	RSD,%
10.76	10.98	102.0	101.1%	0.7
10.76	10.97	102.0		
10.76	10.84	100.7		
10.76	10.80	100.4		
10.76	10.88	101.1		
10.76	10.82	100.6		

2.2.11 样品中栀子苷含量测定 取6批样品各适量,分别按“2.1.3”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,计算样品含量,结果见表6。

表6 样品含量测定结果($n=3$)

Tab 6 Results of ample content determination ($n=3$)

样品批号	栀子苷,mg/g	样品批号	绿原酸,mg/g
407018T	0.152	412270T	26.307
412044T	0.159	411321T	25.728
410006T	0.153	411322T	26.198
20141201	0.027	20141201	12.370
20141101	0.037	20141101	4.731
20150121	0.036	20150121	7.476

2.3 绿原酸含量测定

2.3.1 色谱条件 色谱柱:Kromasil C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈-0.05%磷酸(10:90, V/V);流速:1 ml/min;检测波长:327 nm;柱温:35 ℃;进样量:20 μl。

2.3.2 对照品溶液的制备 取绿原酸对照品约10 mg,精密称定,加甲醇溶解并用水稀释制成每1 ml含绿原酸0.02 mg的对照品溶液。

2.3.3 供试品溶液的制备 按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液。

2.3.4 阴性对照溶液的制备 取大黄饮片约1.0 g,栀子饮片约1.5 g,加水20 ml,浸泡1 h后煎煮至沸腾,滤过药液,加水稀释至200 ml,作为阴性对照溶液。

2.3.5 系统适用性试验 精密吸取“2.3.2”“2.3.3”“2.3.4”项下对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各20 μl,分别按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果,供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应保留时间处有相应色谱峰,阴性对照溶液在此保留时间处无相应色谱峰,表明其对检测无干扰。色谱见图3。

2.3.6 线性关系考察 精密量取“2.3.2”项下对照品溶液以流动相倍比稀释,制成系列对照品溶液。精密量取上述系列对照品溶液各20 μl,按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以绿原酸质量浓度($x, \mu\text{g/ml}$)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程为 $y=30286x-77.582$ ($r=0.9999$)。结果表明,绿原酸检测质量浓度线性范围为20~200 μg/ml。

2.3.7 精密度试验 取“2.3.2”项下对照品溶液适量,按

“2.3.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,绿原酸峰面积的RSD=1.3%(n=6),表明仪器精密良好。

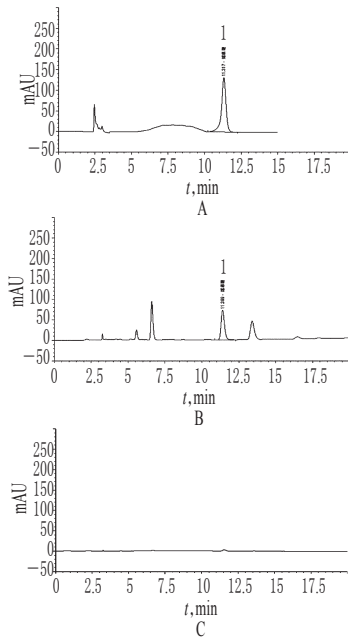


图3 绿原酸的高效液相色谱图
A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性对照; 1. 绿原酸

Fig 3 HPLC chromatograms of chlorogenic acid

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

2.3.8 稳定性试验 取“2.3.3”项下供试品溶液(批号:409364T)适量,分别于室温下放置0、2、4、8、12 h时进样测定,记录峰面积。结果,绿原酸峰面积的RSD=0.3%(n=5),表明供试品溶液在12 h内基本稳定。

2.3.9 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:409364T)适量,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,绿原酸峰面积的RSD=2.1%(n=6),表明本方法重复性良好。

2.3.10 回收率试验 取一定质量的绿原酸对照品,按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.3.1”项下色谱条件进样测定,计算样品含量并计算回收率,结果见表7。

表7 绿原酸的回收率试验结果(n=6)

Tab 7 Results of recovery test of chlorogenic acid(n=6)

加入量,mg	测得量,mg	回收率,%	回收率平均值,%	RSD,%
10.13	10.24	101.1		
10.13	10.29	101.6		
10.13	10.36	102.2		
10.13	10.26	101.3	101.1%	0.4
10.13	10.26	101.3		
10.13	10.24	101.1		

2.3.11 样品中绿原酸含量测定 取6批样品各适量,分别按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.3.1”项下色谱条件

进样测定,计算样品含量,结果见表6。

3 讨论

茵陈是茵陈蒿煎剂方中主药,其所含的绿原酸具有明显的保肝利胆作用;栀子所含的化学成分主要是环烯醚萜类化合物,其中栀子苷的含量最高^[4]。经文献查询发现,现有研究仅检测了茵陈蒿煎剂中的一种成分^[5-8],尚未对该煎剂与其配方颗粒进行对比。本研究设定了3种HPLC条件以测定茵陈蒿煎剂中大黄所含的大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚,栀子所含的栀子苷,以及茵陈蒿所含的绿原酸含量。方法学考察结果表明,线性关系、精密性、准确性、稳定性、重复性良好,阴性对照无干扰,均能够快速、准确的测定目标物。从检验结果可知,茵陈蒿配方颗粒中绿原酸的含量明显高于煎剂含量;配方颗粒中栀子苷的含量约为煎剂的5倍;而配方颗粒中的大黄素、大黄酸、芦荟大黄素、大黄酚、大黄素甲醚含量与煎剂差异不大。

通过茵陈蒿煎剂与其配方颗粒中有效成分含量的比较发现,中药配方颗粒在有效成分含量、批间质量稳定方面明显好于煎剂。中药配方颗粒剂既保持了煎剂吸收快、显效迅速等优点,又克服了煎剂的种种缺点,是中药现代化的产物和发展方向。

参考文献

- [1] 董占军,何洪林,李桔,等.包布免煎法改进中药汤剂的可行性和优越性[J].中国药房,1996,7(1):48.
- [2] 王爽,王智,侯立强.免煎中药配方颗粒在临床应用中的优势与不足[J].中国现代药物应用,2013,7(14):142.
- [3] 王永慧,叶方,杜士明,等.中药免煎剂的研究进展[J].医药导报,2011,30(6):773.
- [4] 陈彤云.燕山医话[M].2版.北京:北京科学技术出版社,2005:170.
- [5] 葛建华,窦志华,罗琳,等. HPLC法测定茵陈蒿汤中绿原酸和栀子苷的含量[J].江苏中医药,2009,41(1):56.
- [6] 王志伟,高钧,谭晓杰,等.双波长RP-HPLC法同时测定茵陈蒿中绿原酸、咖啡酸和对羟基苯乙酮的含量[J].药物分析杂志,2009,29(6):919.
- [7] 赵美瑾,许丽,王瑞红,等.茵陈蒿汤质量标准中含量测定的研究[J].辽宁中医杂志,2007,34(7):973.
- [8] 葛建华,窦志华,罗琳,等.高效液相色谱法测定茵陈蒿汤中5种萜类成分的含量[J].中国医院药学杂志,2009,29(7):590.

(收稿日期:2016-02-06 修回日期:2016-03-11)

(编辑:张 静)