

维药热依汗颗粒质量分析研究

刘德永¹,王新春^{1,3},帕依曼·亥米提²,黄川生^{1,3},何承辉^{2*}

(1 石河子大学药学院,石河子 832003; 2 新疆维吾尔自治区药物研究所,乌鲁木齐 830004;

3 石河子大学医学院第一附属医院药剂科,石河子 832008)

[摘要] 目的:建立热依汗颗粒质量标准。方法:采用 TLC 法建立罗勒、玫瑰花、甘松、小茴香的鉴别项;采用 HPLC 法建立热依汗颗粒的特征图谱及没食子酸、迷迭香酸含量测定项。结果:罗勒、玫瑰花、甘松、小茴香 TLC 法斑点清晰,阴性无干扰。热依汗颗粒 HPLC 特征图谱中有 35 个特征峰。通过对照品比对,鉴别出 13 种化合物。没食子酸在(1.303 2~13.032 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)范围内呈良好线性关系($r=0.999 7$),平均加样回收率为 97.23%,RSD 为 1.20% ($n=6$);迷迭香酸在(2.462 4~24.624 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)范围内呈良好线性关系($r=0.999 3$),平均加样回收率为 102.79%,RSD 为 1.10% ($n=6$)。结论:该方法专属性强、重复性、稳定性好,可实现对热依汗颗粒的质量控制。

[关键词] 热依汗颗粒;TLC 法;特征图谱;HPLC 法;质量标准

[中图分类号] R917 [文献标志码] A [文章编号] 1003-3734(2025)17-1865-07

Quality analysis of Reyihan granules

LIU De-yong¹, WANG Xin-chun^{1,3}, Payman HERMITY², HUANG Chuan-sheng^{1,3}, HE Cheng-hui^{2*}

(1 College of Pharmacy, Shihezi University, Shihezi 832003, China; 2 Xinjiang Uygur Autonomous Region Institute of Meteria Medica, Urumqi 830004, China; 3 Department of Pharmacy The First Affiliated Hospital of the Medical College, Shihezi University, Shihezi 832008, China)

[Abstract] **Objective:** To set up the quality standards of Reyihan granules. **Methods:** The identification items for *Ocimi basilici* Fructus, *Roses rugosae* Flos, *Nardostachyos radlx* Et Rhizoma, and *Foeniculi fructus* were established using TLC. The characteristic chromatogram was established, and the contents of gallic acid and rosmarinic acid in Reyihan granules were determined using HPLC. **Results:** The TLC identification method for *Ocimi basilici* Fructus, *Roses rugosae* Flos, *Nardostachyos radlx* Et Rhizoma, *Foeniculi fructus* had clear spots, with no interference from negative controls. There were 35 characteristic peaks in the HPLC characteristic chromatogram of Reyihan granules. Through comparison with reference standards, 13 compounds were identified. Gallic acid showed a good linear relationship within the range of 1.303 2~13.032 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ($r=0.999 7$), with an average recovery rate of 97.23% and an RSD of 1.20% ($n=6$). Rosmarinic acid showed a good linear relationship within the range of 2.462 4~24.624 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ($r=0.999 3$), with an average recovery rate of 102.79% and RSD of 1.10% ($n=6$). **Conclusion:** This method has strong specificity, good repeatability and stability, and can achieve quality control of Reyihan granules.

[Key words] Reyihan granules;TLC;characteristic chromatogram;HPLC;quality standard

[基金项目] 乌鲁木齐市重点科技开发课题资助项目(B251010001);兵团重点领域科技公关资助项目(2024AB07);自治区重大科技专项资助项目(2022A03017-1)

[作者简介] 刘德永,男,硕士研究生,主要从事中药制备新技术及质量控制研究。E-mail:1542859242@qq.com。

[通讯作者] *何承辉,女,硕士生导师,研究员,主要从事中药民族药新制剂、新剂型及新药开发。E-mail:1369467054@qq.com。

[DOI]10.20251/j.cnki.1003-3734.2025.17.012

热依汗颗粒是由罗勒、玫瑰花、甘松、小茴香等 7 味药材组成的维药复方制剂,为新疆墨玉县维吾尔医医院的院内制剂(批准单位:新疆维吾尔自治区食品药品监督管理局;批件号:MZJ-W-0292-2009)。其中罗勒收载于《新疆维吾尔自治区中药维吾尔药饮片炮制规范》2020 年版^[1],牛舌草、薰衣草、菟丝草收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》(维药分册)^[2],其他药材收载于《中华人民共和国药典》2020 年版一部^[3]。功能主治为活血通阻,消食,补血,养心补脑,增强心脑血管功能。用于神经衰弱引起的头疼、失眠、健忘、多梦,心功能不全,心律不齐,贫血,胃炎,胆囊炎,也可用于白癜风的辅助治疗。此院内制剂具有长久的临床应用历史,其疗效确切,且安全性好。但原制剂质量标准仅为院内制剂内部标准,只有玫瑰花 TLC 定性鉴别,存在标准较低、质量稳定性差等问题。在原有制剂的研究基础上应用 TLC 及 HPLC 分析技术,对热依汗颗粒进行定性和定量分析研究。本文建立了罗勒、甘松、小茴香、玫瑰花 TLC 鉴别项,没食子酸、迷迭香酸 HPLC 含量测定项及 HPLC 特征图谱项,保证了热依汗颗粒的有效性和可控性。在此研究基础上建立一套规范化的质量标准,可为该制剂中药新药开发奠定基础。

材 料

1 药物与试剂

没食子酸(批号:110831-201906,纯度:91.5%)、咖啡酸(批号:110885-201703)、芦丁(批号:100080-202012)、金丝桃苷(批号:111521-201507)、异槲皮苷(批号:111809-202205)、迷迭香酸(批号:111871-202007,纯度:98.1%)、芹菜素(批号:111901-202205)、山柰酚(批号:110861-201310)、石吊兰素(批号:111555-200602)、甘松新酮(批号:111832-201603)、甘松对照药材(批号:121402-201805)、小茴香对照药材(批号:121198-202304)均购自中国食品药品检定研究院;新绿原酸(批号:MUST-23040213)、绿原酸(批号:MUST-22111711)均购自成都曼思特生物科技有限公司;木犀草素(批号:111520-200504,中国药品生物制品检定所);乙腈(色谱纯,赛默飞世尔科技有限公司);甲醇(分析纯,天津市致远化学试剂有限公司);其余试剂均为分析纯;水为超纯水。

处方饮片来源信息见表 1,方中各味药材由新疆维吾尔自治区药物研究所何承辉研究员鉴定为正品。罗勒为唇形科植物罗勒(*Ocimum basilicum* L.)

的干燥地上部分。牛舌草为紫草科植物意大利牛舌草(*Anchusa italica* Retz.)的干燥全草。薰衣草为唇形科植物狭叶薰衣草(*Lavandula angustifolia* Mill.)的干燥地上部分。甘松为败酱科植物甘松(*Nardostachys jatamansi* DC.)的干燥根及根茎。玫瑰花为蔷薇科植物玫瑰(*Rosa rugosa* Thunb.)的干燥花蕾。菟丝草为旋花科植物菟丝子(*Cuscuta chinensis* Lam.)的干燥地上部分。小茴香为伞形科植物茴香(*Foeniculum vulgare* Mill.)的干燥成熟果实。

表 1 热依汗颗粒药材来源信息

编号	药味	批号	产地	来源
1	罗勒	Q30048109	新疆	新疆麦迪森药业有限公司饮片分公司
2	牛舌草	C30010406	海南	
3	薰衣草	M30048022	新疆	
4	甘松	G30031508	四川	
5	玫瑰花	H30016415	新疆	
6	菟丝草	C30059708	新疆	
7	小茴香	22010602	甘肃	新疆仁誉中药饮片有限公司

2 仪器

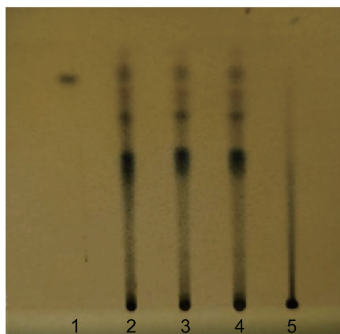
LC-2030 Plus 型 HPLC 仪(日本岛津公司);BS110S 型电子天平(北京赛多利斯天平有限公司);AB135-S 型电子天平(梅特勒-托利多公司);WP-UP-WF-20 型超纯水机(四川沃特水处理设备有限公司);KQ5200B 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

方法与结果

1 TLC 鉴别

1.1 罗勒的 TLC 鉴别^[4] 取热依汗颗粒(批号:20231105)10 g,研磨成细粉,样品中加入 70% 甲醇 100 mL 并进行超声提取,时间为 20 min,过滤除去杂质并将滤液蒸干,加 50 mL 水溶解蒸干后的残渣并用水饱和的正丁醇提取 2 次,每次提取量为 50 mL,将 2 次正丁醇提取液合并混匀后再次蒸干,将得到的残渣加 1.5 mL 乙醇溶解,即得供试品溶液。取石吊兰素对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.7 mg 的对照品溶液。同供试品溶液制备方法制得缺罗勒阴性对照溶液。展开条件为二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(5:5:1)、硅胶 G 薄层板,点样量 3 μ L,展开至边缘

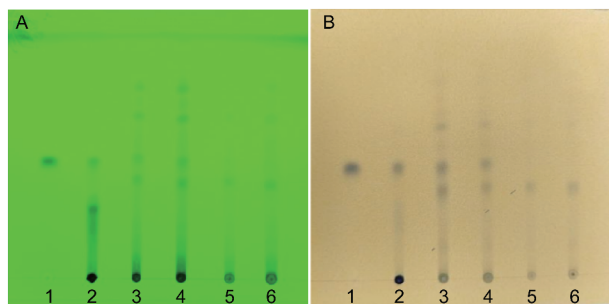
1 cm 处取出晾干,喷以 5% 三氯化铁乙醇溶液,105 ℃ 加热至斑点显色清晰。TLC 图见图 1。供试品色谱中,与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,没有检测到干扰的阴性结果。



1: 石吊兰素对照品; 2~4: 供试品(批号:20231105);
5: 缺罗勒阴性对照

图 1 罗勒 TLC 鉴别图

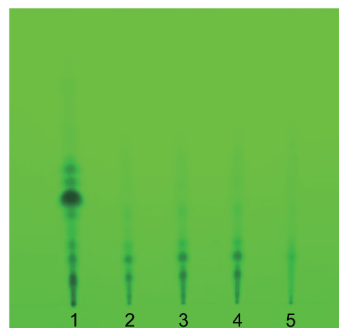
1.2 玫瑰花的 TLC 鉴别^[5-7] 取热依汗颗粒 5 g (批号:20231101), 研磨成细粉, 加 40 mL 水, 进行超声提取, 时间为 20 min, 过滤除去杂质并将滤液蒸干, 加 5 mL 甲醇溶解残渣, 即得供试品液。取没食子酸对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品溶液。取玫瑰花对照药材 0.3 g, 加 10 mL 甲醇, 同法制得对照药材溶液。同法制得缺玫瑰花阴性对照溶液。展开条件为三氯甲烷-乙酸酯-甲酸(5:5:1)、硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 点样量 5 μL, 展开至边缘 1 cm 处取出薄层板并晾干, 置紫外光灯(254 nm)下检视, 再喷以 5% 三氯化铁乙醇溶液置日光灯下检视。TLC 图见图 2。供试品色谱中, 在与对照品、对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 没有检测到干扰的阴性结果。



A: 紫外光灯(254 nm); B: 日光灯; 1: 没食子酸对照品;
2: 玫瑰花对照药材; 3~4: 供试品(批号:20231101);
5~6: 缺玫瑰花阴性对照

图 2 玫瑰花 TLC 鉴别图

1.3 甘松的 TLC 鉴别^[3] 取热依汗颗粒 13 g (批号:20231102), 研磨成细粉, 加 130 mL 石油醚(60~90 ℃), 超声提取 30 min, 过滤, 取滤液浓缩至干, 将得到的残渣加 5 mL 石油醚(60~90 ℃)溶解, 即得供试品溶液。取甘松对照药材 0.5 g, 加 40 mL 石油醚(60~90 ℃), 其他条件同供试品溶液, 制得对照药材溶液。同法制得缺甘松阴性对照溶液。展开条件为石油醚(60~90 ℃)-乙酸乙酯(4:1)、硅胶 GF₂₅₄ 薄层板, 点样量 10 μL, 展开至边缘 1 cm 处取出薄层板并晾干, 置紫外光灯(254 nm)下检视。TLC 图见图 3。供试品色谱中, 与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 没有检测到干扰的阴性结果。



1: 甘松对照药材; 2~4: 供试品(批号:20231102);
5: 缺甘松阴性对照

图 3 甘松 TLC 鉴别图

1.4 小茴香的 TLC 鉴别^[7] 取热依汗颗粒(批号:20231105) 5 g, 研磨成细粉, 加 50 mL 水溶解后用石油醚(60~90 ℃)-乙醚(1:1)混合液振摇提取 2 次, 每次提取量为 50 mL, 合并 2 次的石油醚-乙醚混合液并置水浴上蒸干混合液, 将蒸干后得到的残渣加 1.5 mL 乙醇溶解, 即得供试品溶液。取小茴香对照药材 0.5 g, 其他条件同供试品溶液制得对照药材溶液。同供试品溶液制备条件制得缺小茴香阴性对照溶液。展开条件为正己烷-乙酸酯-甲酸(18:3:0.1)、硅胶 G 薄层板, 点样量为 8 μL, 展开至边缘 1 cm 处取出薄层板并晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 置紫外光灯(365 nm)下检视。TLC 图见图 4。供试品色谱中, 与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 没有检测到干扰的阴性结果。



1:小茴香对照药材;2~3:供试品(批号:20231105);
4:小茴香阴性对照

图4 小茴香 TLC 鉴别图

2 特征图谱建立^[8-11]

2.1 色谱条件 采用岛津 Shim-pack VP-ODS 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 体积流量为 1.0 mL · min⁻¹; 柱温 30 °C; 检测波长 330 nm; 以乙腈(A)-0.1% 磷酸溶液(B)为流动相, 梯度洗脱见表 2; 进样量 10 μL。

表 2 特征图谱测定的梯度洗脱程序 %

时间/min	流动相 A	流动相 B
0	3	97
10	3	97
58	17	83
60	14	86
68	14	86
110	30	70
112	32	68
130	45	55
138	45	55
145	3	97
150	3	97

2.2 混合对照品溶液的制备 分别取对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含没食子酸、新绿原酸、绿原酸、咖啡酸、芦丁、金丝桃苷、异槲皮苷、迷迭香酸、木犀草素、槲皮素、熊果酸、芹菜素、山柰酚、齐墩果酸、石吊兰素、甘松新酮分别为 335.6, 9.397, 6.748, 1.592, 27.84, 9.015, 14.64, 6.278, 9.88, 17.125, 17.582, 6.84, 13.272, 32.16, 7.534, 386.4 μg 的混合对照品溶液。

2.3 热依汗颗粒、阴性颗粒、单味药材颗粒的制备 按处方比例称取 7 味药材饮片, 加水煎煮 3 次, 每次 1 h, 过滤, 合并 3 次滤液, 减压浓缩(-0.08 MPa, 70~75 °C)至相对密度为 1.15~1.25 的清膏, 真空干燥(-0.08 MPa, 60~65 °C)得浸膏, 粉碎成细粉。加入辅料制粒, 即得热依汗颗粒。按处方比例分别

称取单味药材的饮片, 同法制备阴性颗粒。称取单味药材饮片, 同法制备单味药材颗粒。

2.4 供试品、阴性、单味药材样品溶液的制备 取热依汗颗粒适量, 研磨至细粉, 精密称取 0.5 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 100 mL, 称定重量, 超声处理 1 h, 放冷, 再称定重量, 用 70% 甲醇补足缺失的重量, 混合均匀之后, 滤过, 取续滤液, 即得供试品溶液。同法制备阴性、单味药材样品液。

2.5 特征图谱专属性试验与色谱峰指认 取“2.2”“2.4”项下各溶液, 按“2.1”项下方法进样检测, 特征图谱见图 5。综合供试品中各峰分离程度进行目标峰取舍, 使所选特征峰最大程度反映制剂特点, 共标定 35 个特征峰, 通过对照品比对指认出 13 个峰, 2 号峰为没食子酸、3 号峰为新绿原酸、6 号峰为绿原酸、7 号峰为咖啡酸、15 号峰为芦丁、16 号峰为金丝桃苷、17 号峰为异槲皮苷、23 号峰为迷迭香酸、27 号峰为木犀草素、29 号峰为芹菜素、30 号峰为山柰酚、34 号峰为石吊兰素、35 号峰为甘松新酮。再通过阴性、单味药材溶液与供试品溶液色谱比较, 对色谱峰进行归属, 7, 23, 32 号峰归属于牛舌草, 13 号峰归属于罗勒、薰衣草、玫瑰花, 16 号峰归属于罗勒、薰衣草、玫瑰花, 21 号峰归属于罗勒、小茴香、菟丝草, 22, 25, 26, 31 号峰归属于罗勒、薰衣草、菟丝草, 32 号峰归属于罗勒、甘松, 34 号峰归属于罗勒, 35 号峰归属于甘松, 其他色谱峰属于多种药材共有峰, 表明处方中药材均有特征峰。

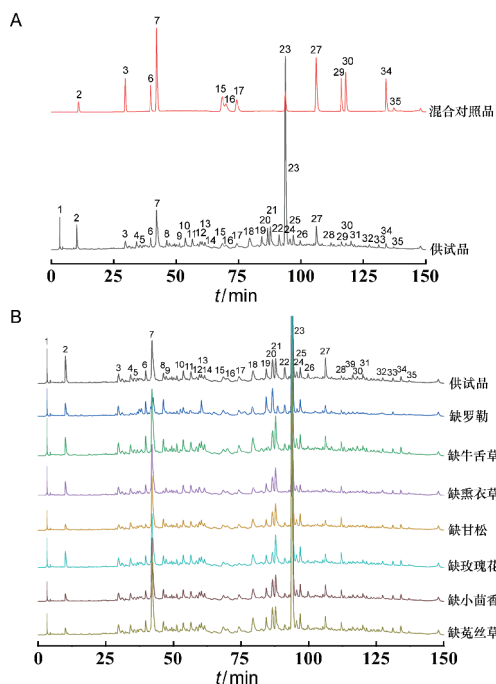
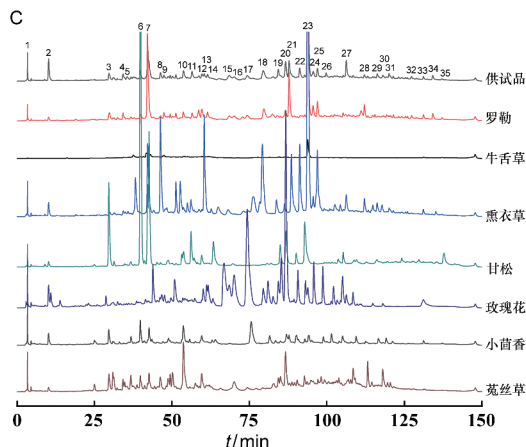


表3 没食子酸、迷迭香酸含量测定的梯度

时间/min	洗脱程序	
	流动相 A	流动相 B
0	2	98
15	2	98
20	18	82
62	18	82
65	65	35
77	65	35
80	2	98
85	2	98



A: 供试品与混合对照品; B: 供试品与阴性样品; C: 供试品与单味药材样品; 2: 没食子酸; 3: 新绿原酸; 6: 绿原酸; 7: 咖啡酸; 15: 芦丁; 16: 金丝桃苷; 17: 异槲皮苷; 23: 迷迭香酸; 27: 木犀草素; 29: 芹菜素; 30: 山柰酚; 34: 石吊兰素; 35: 甘松新醌

图5 热依汗颗粒 HPLC 特征图谱

2.6 精密度试验 取“2.2”项下同一份混合对照品溶液,按“2.1”项色谱条件测定6次,选定峰面积最大、特征最明显的23号峰(迷迭香酸)为参照峰(S),计算各特征峰相对保留时间、相对峰面积的RSD值。结果显示,RSD值为0.01%~0.08%($n=6$)和0.46%~3.98%($n=6$),精密度符合要求。

2.7 重复性试验 取热依汗颗粒按“2.1”“2.4”项制备供试品溶液6份、进样测定,以23号峰(迷迭香酸)为S,计算各特征峰相对保留时间、相对峰面积的RSD值。结果显示,RSD值为0.01%~0.32%($n=6$)和0.96%~24.12%($n=6$),可以满足重复性的要求。

2.8 稳定性试验 取热依汗颗粒按“2.1”“2.4”项制备供试品溶液,设置不同的进样时间测定,分别为0,3,6,12,18,24 h,以23号峰(迷迭香酸)为S,计算各特征峰相对保留时间、相对峰面积的RSD值。结果显示,RSD值为0.02%~1.18%($n=6$)和0.87%~32.12%($n=6$),表明在24 h中有较高的稳定性。

3 含量测定

3.1 色谱条件^[12-13] 梯度洗脱条件见表3,采用双波长模式,没食子酸检测波长为274 nm,迷迭香酸检测波长为330 nm。其他色谱条件同“2.1”项。

3.2 对照品溶液的制备 分别取对照品适量,加甲醇制成没食子酸、迷迭香酸分别为534,513 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品贮备液。

3.3 供试品溶液的制备 同“2.4”项。

3.4 线性关系考察 取“3.2”项下没食子酸对照品贮备液,加甲醇稀释配制1.303 2,2.606 4,5.212 8,7.819 2,13.032 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的系列对照品浓度,取迷迭香酸对照品贮备液同法配制成2.462 4,4.924 8,9.849 6,14.774 4,24.624 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的系列对照品浓度,按“3.1”项色谱条件对峰面积进行测定,并绘制对应的曲线,横纵坐标分别为溶液浓度、色谱峰峰面积,最后通过线性回归得到标准曲线。没食子酸线性方程为: $Y=34\ 564X+3\ 208.5$, $r=0.999\ 7$,表明没食子酸在1.303 2~13.032 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。迷迭香酸线性方程为: $Y=32\ 703X+14\ 677$, $r=0.999\ 3$,表明迷迭香酸在2.462 4~24.624 0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内线性关系良好。

3.5 精密度试验 取同一份没食子酸、迷迭香酸对照品溶液,按“3.1”项色谱条件重复进样6次,结果显示没食子酸、迷迭香酸峰面积的RSD值分别为1.56%,1.35%($n=6$),精密度符合要求。

3.6 稳定性试验 根据“3.3”中的方法对供试品溶液进行制备,设置不同的进样时间,分别为0,2,4,6,8,12,24 h,按“3.1”项色谱条件对各成分的含量进行测定,并计算RSD值,最终得到的结果是2.55%,0.83%($n=7$),根据上述结果可知,在24 h中保持了较高的稳定性。

3.7 日间精密度试验 根据“3.3”项下方法分别于接下来的5 d内制备供试品溶液,按“3.1”项色谱条件连续5 d进样测定。计算没食子酸和迷迭香酸的含量和RSD值,结果显示2种成分的RSD分别为1.99%,1.81%($n=5$),日间精密度符合要求。

3.8 重复性试验 根据“3.1”“3.3”项制备供试品溶液6份、测定2种成分的含量。最终得到的结果显示,2种成分含量的RSD依次为0.98%,0.90% ($n=6$),可以满足重复性的要求。

3.9 耐用性试验 根据“3.1”“3.3”项制备供试

品溶液、用3个不同品牌的色谱柱分别进样测定。计算没食子酸和迷迭香酸的含量和RSD值,实验结果见表4,结果显示2种成分含量的RSD分别为2.30%,2.95% ($n=3$),表明该方法耐用性良好。

表4 耐用性考察结果

成分	色谱柱	型号	含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/%
没食子酸	Agilent	250 mm × 4.6 mm, 5 μm	0.950 9	2.30
	SHIMADZU		0.918 8	
	Waters		0.910 6	
迷迭香酸	Agilent	250 mm × 4.6 mm, 5 μm	2.262 3	2.95
	SHIMADZU		2.284 5	
	Waters		2.160 9	

3.10 加样回收率试验 分别取对照品适量,加甲醇制成没食子酸、迷迭香酸分别为0.244 8,0.503 3 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。精密称取已知含量的热依汗颗粒6份,每份0.25 g,分别加入上述对照品溶液1 mL,分别按照“3.3”项制备供试品溶液,测定2种成

分的含量。根据最终计算的结果可知2种成分的回收率为95.79%~103.58%,RSD为1.10%~1.20% ($n=6$)。结合实验结果可知,此方法可以达到较高的回收率,具体如表5中所示。

表5 加样回收率考察结果

成分	已知量/ mg	加入量/ mg	测得量/ mg	加样回收率/%	平均加样回收率/%	RSD/%
没食子酸	0.230 2	0.244 8	0.464 7	95.79	97.23	1.20
	0.230 7	0.244 8	0.473 7	99.26		
	0.230 5	0.244 8	0.468 3	97.11		
	0.230 9	0.244 8	0.467 6	96.69		
	0.231 0	0.244 8	0.468 3	96.92		
	0.230 7	0.244 8	0.469 7	97.64		
迷迭香酸	0.489 8	0.503 3	1.010 1	103.38	102.79	1.10
	0.490 9	0.503 3	1.010 9	103.30		
	0.490 6	0.503 3	0.997 3	100.69		
	0.491 3	0.503 3	1.006 2	102.31		
	0.491 5	0.503 3	1.012 9	103.58		
	0.490 9	0.503 3	1.011 7	103.47		

3.11 样品含量测定 取7批热依汗颗粒,按“3.1”“3.3”项制备供试品溶液,进样测定并计算含量。结果见表6。在7批热依汗颗粒含量测定数据的基础上,制定指标成分含量不得低于上述结果的70%,即没食子酸含量不得低于0.588 1 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$,迷迭香酸含量不得低于1.112 6 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

讨 论

在TLC鉴别中,本实验基于在特征图谱中鉴别出的成分对方中7味药材均进行了TLC色谱条件

表6 没食子酸、迷迭香酸含量测定结果

样品	$\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	
	没食子酸	迷迭香酸
20231101	0.840 1	1.589 4
20231102	0.887 6	1.783 9
20231103	0.926 5	1.656 0
20231104	0.928 7	1.847 2
20231105	0.922 3	1.999 1
20231106	0.949 5	2.051 8
20231107	0.948 0	2.153 0

摸索,对牛舌草中咖啡酸^[14]、菟丝草中金丝桃苷^[15]以及采用薰衣草自身药材对薰衣草进行 TLC 鉴别时发现它们均有阴性干扰,通过与本实验 HPLC 特征图谱比对也可发现牛舌草、薰衣草、菟丝草中鉴别出的主要化合物均有阴性干扰,故不纳入质量标准。

确立的罗勒、玫瑰花、小茴香、甘松共 4 味药材的 TLC 鉴别方法,无阴性干扰,方法简便,可有效控制热依汗颗粒的质量。罗勒中含有的黄酮类化合物石吊兰素为该药材专属性特征成分,因此在罗勒 TLC 鉴别中选择了石吊兰素对照品。玫瑰花中含有水溶性没食子酸,张旭等^[16]的研究证明没食子酸能显著降低血脂水平,且没食子酸为玫瑰花主要成分之一,因此在玫瑰花 TLC 鉴别中选择了没食子酸对照品。没食子酸和迷迭香酸在特征图谱中分离度良好、峰面积较大,符合 HPLC 可测性原则,没食子酸、迷迭香酸具有抗炎、抗氧化、抗血栓、抗血小板凝聚等功效,有很好的心血管保护作用^[17-20],故选择这 2 种成分进行含量测定。将没食子酸和迷迭香酸对照品在 200~800 nm 波长范围内进行紫外扫描,结果没食子酸在 274 nm 处吸收最强,迷迭香酸在 330 nm 处吸收最强,故采用双波长模式在 274 和 330 nm 处测定 2 种化合物。

本研究通过增加 TLC 鉴别项、HPLC 特征图谱项、HPLC 含量测定项,提升了维药热依汗颗粒质量标准。在原院内制剂标准基础上,修订了玫瑰花的 TLC 法,新增了罗勒的 TLC 法,弥补了热依汗颗粒中君药的鉴别项;特征图谱建立的 35 个特征峰及识别出的 13 种化合物可实现对该制剂的定性控制;增加的没食子酸、迷迭香酸含量测定项可实现对该制剂的定量控制。

[参 考 文 献]

[1] 新疆维吾尔自治区药品监督管理局. 新疆维吾尔自治区中药

维吾尔药饮片炮制规范[S]. 2020 年版. 北京:中国医药科技出版社, 2021: 122.

- [2] 中华人民共和国卫生部. 中华人民共和国卫生部药品标准[S]. 维吾尔药分册. 新疆科技卫生出版社, 1999: 14, 91, 112.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 2020 年版. 一部. 北京:中国医药科技出版社, 2020: 49, 87, 209.
- [4] 李金洲, 陈子隽, 刘政君, 等. 一种瑶浴散剂质量标准的试验研究[J]. 湖北农业科学, 2021, 60(3): 129-133.
- [5] 胡飞凤, 吴美兰, 孟祥颖. 基于标准汤剂的玫瑰花配方颗粒质量标准研究[J]. 浙江中医杂志, 2020, 55(11): 844-845.
- [6] 高梦洁, 李玉婷, 阿依提拉·麦麦提江, 等. 玫瑰花糖膏的质量标准研究[J]. 西部中医药, 2019, 32(7): 37-42.
- [7] 李乔乔, 李兰兰, 安泽冲, 等. 中、美、欧药典药材薄层鉴别差异与特征图谱的应用[J]. 新疆医科大学学报, 2023, 46(6): 812-819.
- [8] 刘傲雪, 冯文明, 张甦. 脑心清片质量标准提升[J]. 中成药, 2023, 45(12): 3910-3913.
- [9] 陆小梦, 古玉正, 刘瑞娟, 等. 基于特征图谱及指标成分优化新清毒饮颗粒的制备工艺[J]. 中药新药与临床药理, 2024, 35(2): 263-273.
- [10] 耿赛龙, 周琴, 孙水根, 等. 巴芪柔肝方基准样品 HPLC 特征图谱建立及其量值传递规律研究[J]. 中成药, 2024, 46(2): 370-378.
- [11] 廖圆月, 袁铭铭, 周雷罡, 等. HPLC 法同时测定连钱草中 3 个黄酮类成分和 4 个酚酸类成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2023, 43(10): 1664-1671.
- [12] 康雨彤, 蔡晓翠, 王新堂, 等. 复方卡森颗粒成型工艺及质量标准研究[J]. 医药导报, 2021, 40(12): 1659-1665.
- [13] 郝俊生, 包红英, 斯日古冷, 等. 蒙药材砂引草 HPLC 指纹图谱及 6 个成分含量测定研究[J]. 药物分析杂志, 2024, 44(5): 816-826.
- [14] 郭伟, 滕亮, 马桂芝. 意大利牛舌草与其混悬液的鉴定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(21): 32-39.
- [15] 沙拉麦提·艾力, 王亚丽. 菟丝草质量标准研究[J]. 中国药事, 2017, 31(5): 501-505.
- [16] 张旭, 陈朝银, 董琳琳, 等. 没食子酸对谷氨酸钠诱导的肥胖小鼠的降脂作用[J]. 中成药, 2017, 39(6): 1115-1119.
- [17] 史海燕, 郗艳丽. 没食子酸生物活性研究进展[J]. 吉林医药学院学报, 2020, 41(2): 146-149.
- [18] 林晓琳, 张凌云. 迷迭香酸抗动脉粥样硬化作用研究[J]. 天然产物研究与开发, 2020, 32(4): 652-658, 688.
- [19] 杨玉彬, 李海蓉, 牛丽君, 等. 舒肝益脾颗粒(无糖型)主要活性成分改善非酒精性脂肪性肝病的临床和实验研究[J]. 中国现代应用药学, 2025, 42(7): 1077-1090.
- [20] 任桂林, 蒲清荣, 杜仕静, 等. 杜钩平肝颗粒的制备及其对硝基-L-精氨酸甲酯诱导高血压大鼠模型的预防作用[J]. 中国现代应用药学, 2024, 41(16): 2184-2191.

编辑:刘卓越/接受日期:2024-02-08