

壮药制剂武打将军酊质量标准研究*

Study on Quality Standards of Wudajiangjun Tincture

苏青, 雷沛霖, 黄瑞松**

SU Qing, LEI Pei-lin, HUANG Rui-song

(广西民族医药研究院, 广西南宁 530001)

(Guangxi Academy of Minority Nationality Medicine and Pharmacology, Nanning, Guangxi, 530001, China)

摘要:【目的】为确保壮药制剂武打将军酊临床用药安全有效, 建立其质量标准。【方法】采用薄层色谱法对武打将军酊处方中的虎杖、莪术、川芎、徐长卿、龙血竭、薄荷脑等药材进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法对酊剂中的虎杖苷、丹皮酚有效成分进行含量测定。【结果】建立上述6味药材的薄层色谱鉴别法, 色谱图特征斑点分离清晰、集中。高效液相色谱法中虎杖苷对照品进样量在0.1~0.7 μg时, 进样量与峰面积呈良好的线性关系; 丹皮酚对照品进样量在0.052~0.364 μg时, 进样量与峰面积呈良好的线性关系; 虎杖苷平均回收率为100.98%, RSD=1.09%; 丹皮酚平均回收率为99.62%, RSD=0.91%。【结论】本文建立的武打将军酊质量标准可有效控制壮药制剂武打将军酊的质量。

关键词: 武打将军酊 质量标准 TLC HPLC

中图分类号: R9 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-9164(2015)06-0620-07

Abstract: 【Objective】The quality standards for Wudajiangjun Tincture were established in order to guarantee its safety and effectivity in clinical treatment. 【Methods】Thin layer chromatograms (TLC) method was used for qualitative identification of extracts from the tincture, including giant knotweed rhizome, zedora rhizome, sichuan lovage rhizome, paniculate swallowwort root, *Resina draconis*, mentha-camphor and other medicinal materials qualitative. High performance liquid chromatography (HPLC) method was used to quantitatively determine active ingredients of the tincture such as polydatin and paeonol. 【Results】Characteristics of TLC spots for the abovementioned 6 medicinal materials were clear separation and concentrated. In HPLC method, a good linear relationship between sample content and peak area was received when the reference substance of polydatin was ranged from 0.1 to 0.7 μg, and when paeonol concentration was within the range of 0.052 to 0.364 μg. 【Conclusion】The scientific quality standards of Wudajiangjun Tincture are successfully established, which can be used to effectively control the product quality for Zhuang medicine preparations of Wudajiangjun Tincture.

Key words: Wudajiangjun Tincture, quality standards, TLC, HPLC

收稿日期: 2015-10-19

修回日期: 2015-11-27

作者简介: 苏青(1960-), 女, 主任技师, 主要从事民族药质量标准及其新药研发研究。

* 广西科学研究与技术开发计划项目(桂科重1355001-4), 广西壮族自治区卫生厅中医医院制剂类课题(GZYZ-10-27)和南宁市科学研究与技术开发计划项目(201102087C)资助。

** 通讯作者: 黄瑞松(1958-), 男, 主任药师, 主要从事民族药质量标准及其新药研发, E-mail: hrs.3130064@163.com。

0 引言

【研究意义】武打将军酊系广西民族医药研究院科技人员在发掘壮族民间验方的基础上, 采用现代制剂技术研制而成的壮药外用酊剂。本品由虎杖、徐长卿、飞龙掌血、田七等多味壮药材组成, 具有通龙路火路, 化瘀血, 消肿痛之功效, 用于跌打损伤、风湿骨痛、牙痛、冻疮等病症。为有效控制该制剂的质量, 确保

临床用药安全有效,本研究对武打将军酊质量标准中的定性和定量方法进行研究,制订武打将军酊质量标准。【前人研究进展】武打将军酊为本研究院近期研究的医院制剂,迄今为止尚未见报道有关该制剂的相关研究。【本研究切入点】通过对处方中的主药或帮药所含有效成分或主要成分进行定性定量分析,以建立其质量控制标准。【拟解决的关键问题】采用薄层色谱法对武打将军酊处方中的虎杖、莪术、川芎、徐长卿、龙血竭、薄荷脑等药材进行薄层鉴别;采用高效液相色谱法,通过波长切换方式一次性完成对虎杖苷及丹皮酚两种有效成分的测定。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 仪器

LC-20A 高效液相色谱仪(日本岛津),YOKO-ZS 紫外分析摄影仪(武汉药新技术开发有限公司),XS205DualRange 电子分析天平(瑞士梅特勒公司),SB3200DTS 双频超声清洗仪(宁波新芝生物科技股份有限公司),EASYPURE II 超纯水器(美国热电公司),HP250HS 型恒温恒湿箱(武汉瑞华仪器设备有限公司)。

1.1.2 药品

虎杖苷对照品(批号:111575-200502,供含量测定),丹皮酚对照品(批号:110708-200506,供含量测定),大黄素对照品(批号:110756-200110),大黄素甲醚对照品(批号:110758-201013),吉马酮对照品(批号:111665-200902),薄荷脑对照品(批号:0728-9304),虎杖对照药材(批号:120980-201005),川芎对照药材(批号:120918-200809),龙血竭对照药材(批号:121252-200502),上述对照品及对照药材均由中国食品药品检定院提供;武打将军酊制剂共 9 批(批号:120601,120602,120603,120801,120802 和 120803,广西民族医药研究院民族药研究所生产;批号:140501,140502 和 140503,广西盈康药业有限公司生产);硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂分厂);硅胶 H 薄层板(烟台化工研究所);流动相所用甲醇为色谱纯(美国 Fisher 公司),水为超纯水,其它试剂均为分析纯。

1.2 方法

1.2.1 薄层色谱法鉴别处方中的药材

1.2.1.1 虎杖的鉴别

(1)供试品溶液的制备:分别取 6 批制剂各 20 mL,蒸干,残渣中加入 2.5 mol/L 硫酸溶液 20 mL,水浴加热 30 min,放置冷却;用三氯甲烷振摇提取 2

次,每次 20 mL,合并三氯甲烷液,蒸干;然后加入三氯甲烷 1 mL 使残渣溶解,作为供试品溶液。

(2)阴性对照溶液的制备:取缺少虎杖的阴性制剂,用供试品溶液的制备法制成虎杖阴性对照溶液。

(3)对照品溶液的制备:取大黄素对照品、大黄素甲醚对照品,分别加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

按照薄层色谱法^[1],吸取上述供试品溶液、阴性对照溶液各 8~10 μ L,对照品溶液各 1 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1,V:V:V)的上层溶液为展开剂展开,到达展开前沿后取出晾干。

1.2.1.2 莪术和川芎的鉴别

(1)供试品溶液的制备:分别取 6 批制剂各 30 mL,置分液漏斗中,加水 30 mL,摇匀,加乙醚振摇提取 2 次,每次 30 mL,合并乙醚液,加无水硫酸钠 10 g,振摇,滤过,滤液挥干,残渣加甲醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。

(2)阴性对照溶液的制备:分别取缺少川芎和缺少莪术的阴性制剂,用供试品溶液的制备法分别制成川芎阴性对照溶液和莪术阴性对照溶液。

(3)对照品溶液的制备:取川芎对照药材粉末 1 g,加乙醚 20 mL,40 $^{\circ}$ C 水浴加热回流 1 h,滤过,滤液挥干,加乙酸乙酯 2 mL 使残渣溶解,作为川芎对照药材溶液;取吉马酮对照品,加无水乙醇制成每 1 mL 含 0.4 mg 的溶液,作为吉马酮对照品溶液。

按照薄层色谱法^[1],吸取上述 4 种溶液各 8~10 μ L,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯(98:2,V:V)为展开剂展开,到达展开前沿后取出晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视;再喷以 5%磷钼酸试液,热风吹至斑点清晰。

1.2.1.3 徐长卿的薄层鉴别

(1)阴性对照溶液的制备:取缺少徐长卿的阴性制剂按 1.2.1.2 供试品溶液制备方法制成徐长卿阴性对照溶液。

(2)对照品溶液的制备:取丹皮酚对照品,加丙酮制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

按照薄层色谱法^[1],吸取 1.2.1.2 项下的供试品溶液、上述阴性对照溶液及对照品溶液各 8~10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(9:1,V:V)为展开剂展开,到达展开前沿后取出晾干,喷以盐酸酸性 5%三氯化铁乙醇溶液,加热至斑点显色清晰。

1.2.1.4 薄荷脑的薄层鉴别

(1)供试品溶液的制备:取 1.2.1.1 项下的 6 批

供试品溶液各 1 mL,加甲醇 3 mL,摇匀,作为供试品溶液。

(2)阴性对照溶液的制备:取缺少薄荷脑的阴性制剂,用供试品溶液制备法制成薄荷脑阴性对照溶液。

(3)对照品溶液的制备:取薄荷脑对照品,加石油醚(30~60℃)制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

按照薄层色谱法^[1],吸取上述 3 种溶液各 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(9:1,V:V)为展开剂展开,到达展开前沿后取出晾干,喷以 5%磷钼酸试液,加热至斑点显色清晰。

1.2.1.5 龙血竭的薄层鉴别

(1)供试品溶液的制备:取 6 批制剂 50 mL,浓缩至无醇味,移置分液漏斗中,用水 20 mL 分次洗涤蒸发皿,洗液并入分液漏斗中,摇匀;加乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20 mL,合并乙酸乙酯液,蒸干,加甲醇 2 mL 使残渣溶解,作为供试品溶液。

(2)阴性对照溶液的制备:取缺乏龙血竭的阴性制剂,用供试品溶液制备法制成龙血竭阴性对照溶液。

(3)对照品溶液的制备:取龙血竭对照药材粉末 0.1 g,加乙酸乙酯 4 mL,超声处理 10 min 使之溶解,作为对照药材溶液。

按照薄层色谱法^[1],吸取上述供试品溶液、阴性对照溶液各 4~6 μ L、对照药材溶液 4 μ L,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以氯仿-甲醇(94:6,V:V)为展开剂展开,到达展开前沿后取出晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。

1.2.2 虎杖苷和丹皮酚含量测定

1.2.2.1 色谱条件

以 Gemini C18 为色谱柱(250 mm \times 4.6 mm,0.5 μ m),甲醇为流动相 A,水为流动相 B,可变波长检测,按表 1 进行梯度洗脱检测;柱温:室温;流速:1.0 mL/min;理论板数按虎杖苷峰或按丹皮酚峰计,均应不低于 2000。

1.2.2.2 溶液制备

取虎杖苷对照品与丹皮酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含虎杖苷 40 μ g、丹皮酚 20 μ g 的混合溶液,作为混合对照品溶液;精密量取制剂(批号 120601)1 mL 置 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;以虎杖苷阴性制剂及丹皮酚阴性制剂,用供试品溶液制备法分别制成虎杖苷阴性对照溶液及丹皮酚阴性对照溶液。

表 1 甲醇-水流动相梯度洗脱

Table 1 Methanol-water gradient elution

时间 Time (min)	甲醇 Methanol (%)	水 Water(%)	检测波长 Detection wavelength (nm)
0~10	35→47	65→53	306
10~15	47→50	53→50	
15~35	50	50	274
35~45	50→75	50→25	
45~55	75→35	25→65	

1.2.2.3 专属性考察

在 1.2.2.1 色谱条件下,精密吸取混合对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μ L,分别进样测定,检测供试品溶液中是否含有虎杖苷和丹皮酚。

1.2.2.4 线性关系的考察

精密称取虎杖苷对照品适量,制成 1 mg/mL 的虎杖苷甲醇溶液;另精密称取丹皮酚对照品适量,制成 0.52 mg/mL 的丹皮酚甲醇溶液。分别精密吸取上述虎杖苷对照品及丹皮酚对照品溶液各 0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL、0.5 mL、0.6 mL、0.7 mL,置于 10 mL 量瓶中(其中取量相同的置于同一个量瓶),加甲醇至刻度,摇匀,作为不同浓度的混合对照品溶液。

分别精密吸取上述混合对照品溶液各 10 μ L,按 1.2.2.1 项下色谱条件进行测定,以对照品的进样量(μ g)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

1.2.2.5 精密度试验

取同一份供试品溶液(批号 120601),按 1.2.2.1 项下色谱条件测定虎杖苷和丹皮酚含量,连续测定 6 次,考察该方法的精密性。

1.2.2.6 重现性试验

精密吸取同一批制剂(批号 120601)1 mL 共 6 份,按 1.2.2.2 方法平行制备 6 份供试品溶液,分别测定虎杖苷和丹皮酚含量,用以检测该方法重复效果。

1.2.2.7 稳定性试验

分别精密吸取同一份供试品溶液(批号 120601)各 1 mL,按 1.2.2.1 项下色谱条件,分别于 0 h、2 h、4 h、8 h、12 h、24 h 进行虎杖苷和丹皮酚含量的测定,考察该方法的稳定性。

1.2.2.8 准确度试验

分别精密称取虎杖苷对照品 40.50 mg,丹皮酚对照品 21.60 mg,同置 100 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,作为虎杖苷及丹皮酚混合对照品溶液。

采用加样回收法,精密吸取制剂(批号 120601)

0.5 mL 各 6 份,分别置 10 mL 量瓶中,另各精密加入上述虎杖苷及丹皮酚混合对照品溶液 0.5 mL,加甲醇至刻度,摇匀,按 1.2.2.1 项下色谱条件测定虎杖苷和丹皮酚含量,检测该方法的准确度。

1.2.2.9 样品测定

按 1.2.2.1 项下色谱条件方法,测定 9 批样品中虎杖苷及丹皮酚的含量。

1.2.3 总固体量和乙醇量的检查

参照《中国药典》关于酊剂的通则,对 9 批样品的总固体量、乙醇量进行检测。

2 结果与分析

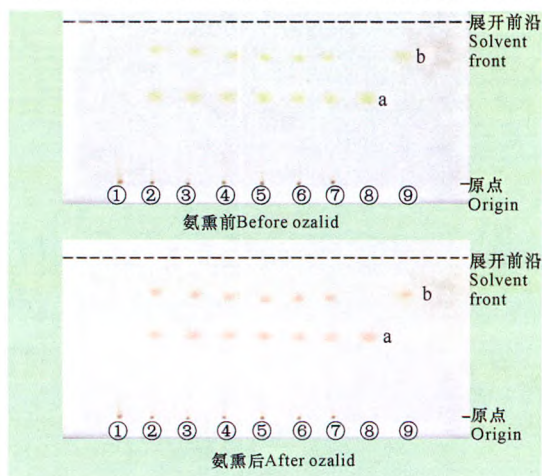
2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 虎杖鉴别

如图 1 所示,在与对照品色谱相对应的位置上,6 批供试品色谱均显出相同的黄色斑点;置氨蒸气中薰后,日光下检视,斑点均变为红色;阴性制剂则无干扰。

2.1.2 莪术和川芎鉴别

在与对照药材色谱相应的位置上,供试品色谱中



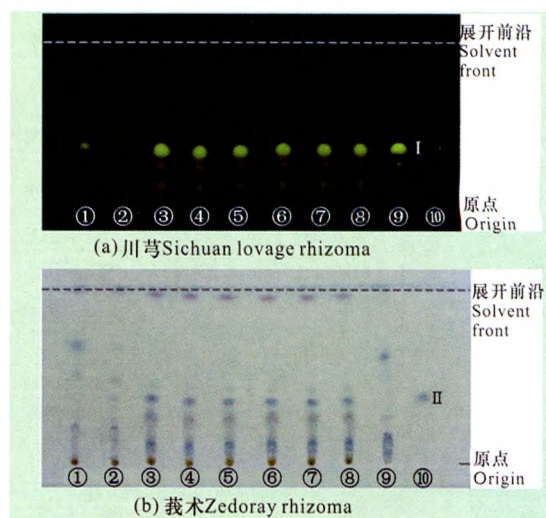
①虎杖阴性对照溶液;②样品 120601;③样品 120602;④样品 120603;⑤样品 120801;⑥样品 120802;⑦样品 120803;⑧大黄素对照品;⑨大黄素甲醚对照品;a. 大黄素对照品特征斑点;b. 大黄素甲醚对照品特征斑点。

① Giant knotweed rhizome negative contrast solution;② Sample of 120601;③ Sample of 120602;④ Sample of 120603;⑤ Sample of 120801;⑥ Sample of 120802;⑦ Sample of 120803;⑧ Emodin reference substance;⑨ Emodin-3-methyl ether reference substance;a. Characteristic spots of Emodin reference substance;b. Characteristic spots of Emodin-3-methyl ether reference substance.

图 1 武打将军酊中虎杖药材 TLC 色谱图

Fig. 1 TLC chromatograms of giant knotweed rhizome medicinal materials in Wudajingjun Tincture

显相同颜色的主荧光斑点(图 2a);再喷以 5% 磷钼酸试液,热风吹至斑点清晰,结果显示在与对照品色谱相应的位置上,6 批供试品色谱均显相同颜色的斑点,阴性制剂均无干扰(图 2b)。



①莪术阴性对照溶液;②川芎阴性溶液;③样品 120601;④样品 120602;⑤样品 120603;⑥样品 120801;⑦样品 120802;⑧样品 120803;⑨川芎对照药材;⑩吉马酮对照品;I. 川芎对照药材特征斑点(荧光);II. 吉马酮对照品特征斑点(日光)。

① Zedoray rhizoma negative control solution;② Sichuan lovage rhizome negative solution;③ Sample of 120601;④ Sample of 120602;⑤ Sample of 120603;⑥ Sample of 120801;⑦ Sample of 120802;⑧ Sample of 120803;⑨ Sichuan lovage rhizome control medicine;⑩ Gima ketone reference substance; I. Characteristic spots (fluorescence) of Sichuan lovage rhizome control medicinal material; II. Characteristic spots (sunlight) of gima ketone reference substance.

图 2 武打将军酊中川芎与莪术药材 TLC 色谱图

Fig. 2 TLC chromatograms of Medicinal materials of Sichuan lovage rhizome and zedoray rhizoma in Wudajingjun Tincture

2.1.3 徐长卿鉴别

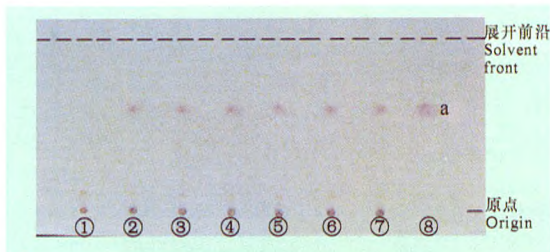
如图 3 所示,在与对照品色谱相应的位置上,6 批供试品色谱均显相同的蓝褐色斑点,阴性制剂则无干扰。

2.1.4 薄荷脑鉴别

在与对照品色谱相应的位置上,6 批供试品色谱均显相同的蓝色斑点,阴性制剂则无干扰(图 4)。

2.1.5 龙血竭鉴别

如图 5 所示,在与对照药材色谱相应的位置上,6 批供试品色谱均显相同颜色的主荧光斑点,阴性制剂则无干扰。

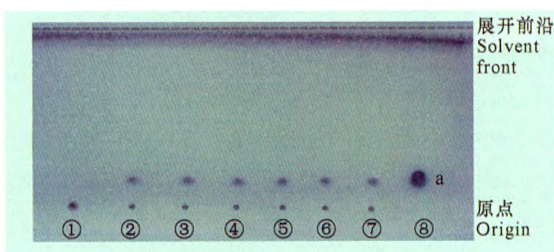


①徐长卿阴性对照溶液;②样品 120601;③样品 120602;④样品 120603;⑤样品 120801;⑥样品 120802;⑦样品 120803;⑧丹皮酚对照品;a.丹皮酚对照品特征斑点。

① Paniculate swallowwort root negative contrast solution;② Sample of 120601;③ Sample of 120602;④ Sample of 120603;⑤ Sample of 120801;⑥ Sample of 120802;⑦ Sample of 120803;⑧ Paeonol reference substance; a. Characteristic spots of paeonol reference substance

图3 武打将军酊中徐长卿药材 TLC 色谱图

Fig. 3 TLC chromatogram of medicinal materials of paniculate swallowwort root in Wudajingjun Tincture

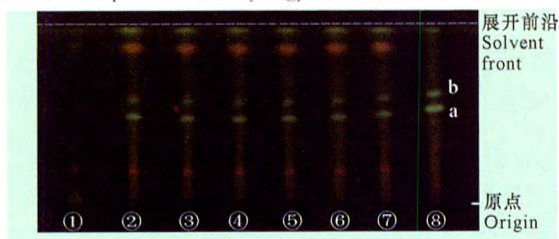


①薄荷脑阴性对照溶液;②样品 120601;③样品 120602;④样品 120603;⑤样品 120801;⑥样品 120802;⑦样品 120803;⑧薄荷脑对照品;a.薄荷脑对照品特征斑点。

①Menthol-camphor negative contrast solution;② Sample of 120601;③ Sample of 120602;④ Sample of 120603;⑤ Sample of 120801;⑥ Sample of 120802;⑦ Sample of 120803;⑧ Menthol-camphor reference substance; a. Characteristic spots of menthol-camphor reference substance

图4 武打将军酊中薄荷脑药材 TLC 色谱图

Fig. 4 TLC chromatogram of medicinal materials of menthol-camphor in Wudajingjun Tincture



①龙血竭阴性对照溶液;②样品 120601;③样品 120602;④样品 120603;⑤样品 120801;⑥样品 120802;⑦样品 120803;⑧龙血竭对照药材;a和b.龙血竭对照药材主特征斑点。

① *Resina draconis* negative contrast solution;② Sample of 120601;③ Sample of 120602;④ Sample of 120603;⑤ Sample of 120801;⑥ Sample of 120802;⑦ Sample of 120803;⑧ *Resina draconis* control medicine; a and b. Characteristic spots of control medicinal material from *Resina draconis*

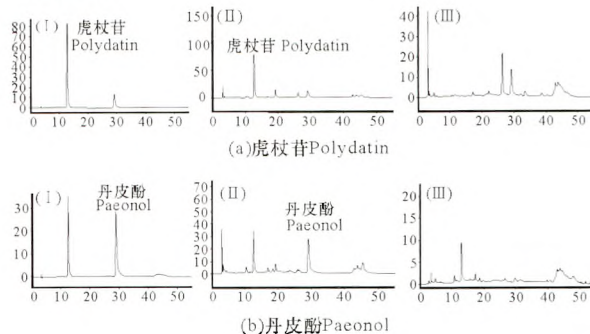
图5 武打将军酊中龙血竭药材 TLC 色谱图

Fig. 5 TLC chromatogram of medicinal materials *Resina draconis* in Wudajingjun Tincture

2.2 虎杖苷和丹皮酚含量测定结果

2.2.1 专属性

如图6所示,供试品色谱中均有与虎杖苷及丹皮酚对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰,且欲测成分峰与相邻峰分离良好($R > 1.5$),色谱柱理论板数按虎杖苷及丹皮酚峰计算皆高于2000;缺少虎杖及缺少徐长卿的阴性制剂色谱中则均无干扰,表明本方法专属性好。



(I)混合对照品溶液;(II)供试品溶液;(III)阴性对照品溶液。

(I) Mixed reference substance solution; (II) Test solution; (III) Negative contrast solution.

图6 武打将军酊中虎杖苷与丹皮酚含量测定的 HPLC 图

Fig. 6 HPLC Chromatograms of determinations polydatin and paeonol in Wudajingjun Tincture

2.2.2 线性关系

当虎杖苷对照品进样量在 $0.1 \sim 0.7 \mu\text{g}$ 时,进样量与峰面积呈良好的线性关系,回归方程: $y = 42051x - 58514, r = 0.9995$;当丹皮酚对照品进样量在 $0.052 \sim 0.364 \mu\text{g}$ 时,进样量与峰面积呈良好的线性关系,回归方程为: $y = 6995135x - 30594, r = 0.9997$ 。

2.2.3 精密度试验

6次测定虎杖苷平均峰面积值为1497452, $RSD = 0.76\%$;丹皮酚平均峰面积值为1069969, $RSD = 0.85\%$,表明该方法精密度良好。

2.2.4 重现性试验

测得6份供试品溶液的虎杖苷平均含量为 0.40 mg/mL , $RSD = 0.88\%$;丹皮酚平均含量为 0.20 mg/mL , $RSD = 1.29\%$,说明该方法重现性好。

2.2.5 稳定性试验

6个不同时间点测定的虎杖苷平均含量为 0.40 mg/mL , $RSD = 1.02\%$;丹皮酚平均含量为 0.20 mg/mL , $RSD = 0.68\%$,证明该方法比较稳定。

2.2.6 准确度试验

虎杖苷平均回收率为 100.98%, RSD = 1.09% ($n = 6$); 丹皮酚平均回收率为 99.62%, RSD = 0.91%。

2.2.7 样品测定

如表 2 所示, 样品中虎杖苷含量在 0.37~0.55 mg/mL, 丹皮酚含量在 0.17~0.35 mg/mL。

表 2 武打将军酊 9 批样品 HPLC 含量测定结果

Table 2 HPLC determination results in 9 batch sample contents of Wudajiangjun Tincture

批号 Batch number	含量 Content(mg/mL)	
	虎杖苷 Polydatin	丹皮酚 Paeonol
120601	0.39	0.19
120602	0.39	0.19
120603	0.40	0.20
120801	0.42	0.19
120802	0.39	0.17
120803	0.37	0.17
140501	0.50	0.33
140502	0.54	0.34
140503	0.55	0.35

2.3 总固体量与乙醇量的检查

9 批样品总固体量在 3.2%~3.8%, 平均值为 3.5%; 乙醇量在 42.0%~47.0%, 平均值为 44.5%。

3 讨论

虎杖、徐长卿、莪术是武打将军酊的主药, 具有祛风利湿、散瘀定痛、行气破血、消积止痛等功效^[2], 其所含虎杖苷、丹皮酚、大黄素、大黄素甲醚及吉马酮等化学成分具有抗菌、抗炎、镇痛、止痛、改善及促进微循环、减轻挤压等造成的组织器官损伤等作用^[3~9]。本研究以虎杖苷、丹皮酚、大黄素、大黄素甲醚及吉马酮等成分作为质量标准控制的定性或定量指标有重要意义。

在对本制剂莪术 TLC 鉴别方法研究中, 曾采用《中国药典》2010 年版一部莪术项下薄层鉴别色谱条件进行试验^[9], 结果薄层色谱中对照品及供试品中的吉马酮特征斑点显色不够清晰。改用 5% 磷钼酸试液显色后, 吉马酮特征斑点在色谱图中显色清晰、集中, 薄层层析效果较好, 故本标准莪术薄层鉴别以 5% 磷钼酸试液作为显色剂。

含量测定研究中曾在波长 200~800 nm 区域分别对虎杖苷及丹皮酚对照品溶液进行光谱扫描。结果虎杖苷对照品在 306 nm 有最大吸收峰, 丹皮酚对照品在 274 nm 有最大吸收峰, 故确定本制剂 HPLC 的检测波长虎杖苷为 306 nm, 丹皮酚为 274 nm。

广西科学 2015 年 12 月 第 22 卷第 6 期

在高效液相色谱法色谱条件试验中, 对乙腈-水 (13:87, V:V)、甲醇-水 (45:55, V:V) 及甲醇-水 (梯度洗脱) 等系统的流动相进行摸索。结果以甲醇-水 (梯度洗脱) 为流动相时, 通过波长切换方式可一次性完成对虎杖苷及丹皮酚两个成分的测定, 虎杖苷及丹皮酚色谱峰基线分离良好, 故本法采用甲醇-水 (梯度洗脱) 为流动相。

对武打将军酊 9 批制剂生产所投原料药材虎杖和徐长卿进行含量测定, 结果虎杖苷含量在 1.1%~1.2% 内 (含量明显高于《中国药典》的规定), 徐长卿药材丹皮酚含量在 1.4%~1.6% 内; 以此原料药材生产的 9 批制剂中虎杖苷含量在 0.37~0.55 mg/mL, 丹皮酚含量在 0.17~0.20 mg/mL。考虑到 2010 年版《中国药典》对虎杖药材中虎杖苷的含量限度为不得少于 0.15%, 徐长卿药材中丹皮酚含量限度不得少于 1.3%, 建议拟定本品限度为每 1 mL 含虎杖 (以虎杖苷 $C_{20}H_{22}O_8$ 计) 不得少于 0.06 mg, 每 1 mL 含徐长卿 (以丹皮酚 $C_9H_{10}O_3$ 计) 不得少于 0.10 mg。

9 批样品总固体量在 3.2%~3.8%, 平均值为 3.5%; 乙醇量在 42.0%~47.0%, 平均值为 44.5%, 考虑生产误差, 本标准暂定总固体不得少于 2.5%, 乙醇量为 40%~50%。

4 结论

本研究建立的壮药制剂武打将军酊质量标准中的定性和定量方法, 经方法学及耐受性考察均符合中药质量标准制订技术要求, 操作简捷, 可用于壮药制剂武打将军酊质量评价和控制。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 2010 年版一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2010:257-258.
Chinese Pharmacopoeia Commission. Chinese Pharmacopoeia[S]. 2010 Edition. Beijing: China Medical Science Press, 2010:257-258.
- [2] 广西壮族自治区食品药品监督管理局. 《广西壮族自治区壮药质量标准》(第一卷)[S]. 南宁: 广西科学技术出版社, 2008:134-135, 158-159.
Guangxi Food and Drug Administration. 《Zhuang Medicine Quality Standard of Guangxi Zhuang Autonomous Region》(The First Volume)[S]. Nanning: Guangxi Science and Technology Press, 2008:134-135, 158-159.
- [3] 王瑜, 薛剑, 孙晓东, 等. 虎杖苷降低急性血瘀模型大鼠血液粘度的研究[J]. 中国药房, 2004, 15 (5): 275-276.
Wang Y, Xue J, Sun X D, et al. Study on decreasing

- effects of polydatin on blood viscosity in the rat model of acute blood stasis[J]. *China Pharmacy*, 2004, 15(5): 275-276.
- [4] 武海军,徐继辉,李月玲,等.丹皮酚的抗炎作用研究[J].*包头医学院学报*,2008,24(3):238-239.
Wu H J, Xu J H, Li Y L, et al. Study on anti-inflammatory effects of paeonol[J]. *Journal of Baotou Medical College*, 2008, 24(3): 238-239.
- [5] 李薇,王远亮.丹皮酚和阿司匹林对大鼠血液流变性影响的比较[J].*中草药*,2000,31(1):29-31.
Li W, Wang Y L. Effects of paeonol in comparison with aspirin on hemorrheological parameters in rats[J]. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 2000, 31(1): 29-31.
- [6] 唐宇平,蔡定芳,刘军,等.大黄改善急性脑出血大鼠血脑屏障损伤的水通道蛋白-4 机理研究[J].*中国中西医结合杂志*,2006,26(2):152-156.
Tang Y P, Cai D F, Liu J, et al. Research on acting mechanism of rhubarb on aquaporin - 4 in rats with blood-brain barrier injury after acute cerebral hemorrhage[J]. *Chinese Journal of Integrative Medicine*, 2006, 26(2): 152-156.
- [7] 祁红.大黄素的抗炎作用[J].*中草药*,1999,30(7):522-524.
- Qi H. Study on anti-inflammatory effects of emodin[J]. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 1999, 30(7): 522-524.
- [8] 李建生,刘敬霞,张伟宇,等.大黄素抗大鼠脑缺血损伤及对炎性因子反应的影响[J].*中国中药杂志*,2005,30(24):1939-1943.
Li J S, Liu J X, Zhang W Y, et al. Preventive effects of emodin on cerebral ischemia injury and expression of the inflammatory factors in rats with cerebral ischemia[J]. *China Journal of Chinese Materia Medica*, 2005, 30(24): 1939-1943.
- [9] 宋坤,陆兔林,李林.莪术不同炮制品镇痛抗炎作用研究[J].*中医药学刊*,2005,23(3):442-443.
Song S, Lu T L, Li L. Analgesic and anti-inflammatory effects of different kinds of *Rhizoma curcumae* [J]. *Study Journal of Traditional Chinese Medicine*, 2005, 23(3): 442-443.

(责任编辑:米慧芝)

《广西科学》影响因子和学科排名大幅提升

从《中国学术期刊影响因子年报(自然科学与工程技术·2015版)》的相关数据查阅到:《广西科学》的复合JIF为0.721,期刊综合JIF为0.559,基础研究类JIF为0.542。在422种综合性科学技术类期刊中,《广西科学》的复合JIF排第61名(2014年排第228名),期刊综合JIF排第32名(2014年排第219名),基础研究类JIF排名第22名(2014年排第120名),期刊影响力指数(CI)排名第77名。