

强腰舒络散的质量标准研究

柳长凤^{1*}, 王倩楠², 刘晓禹²

¹黑龙江中医药大学中医药研究院, 黑龙江 哈尔滨

²黑龙江中医药大学研究生院, 黑龙江 哈尔滨

收稿日期: 2023年11月25日; 录用日期: 2023年12月19日; 发布日期: 2023年12月27日

摘要

目的: 建立强腰舒络散质量标准。方法: 通过薄层色谱法, 对制剂中的黄芪、川芎、当归、白芍、泽兰、醋莪术、防己和醋延胡索进行定性分析, 以确定其有效成分。采用高效液相色谱法, 对芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷和毛蕊花糖苷进行了精确的检测。结果: 薄层色谱鉴别法斑点清晰, 分离度高, 阴性对照无干扰, 表明其专属性好; 含量测定显示, 芍药苷在0.42356~1.48246 μg , 阿魏酸在0.04188~0.14658 μg , 毛蕊异黄酮葡萄糖苷在0.16288~0.57008 μg , 毛蕊花糖苷在0.23020~0.80570 μg , 线性关系良好($r \geq 0.9990$), 仪器精密度、样品重复性、稳定性与加样回收率的RSD值均符合要求。结论: 所创建的方法操作简单, 重复性好, 专属性强, 可用于建立强腰舒络散的质量标准。

关键词

强腰舒络散, 质量标准, 薄层色谱, 高效液相, 含量测定

Study on the Quality Standard of Strong Waist and Relaxation

Changfeng Liu^{1*}, Qiannan Wang², Xiaoyu Liu³

¹Institute of Traditional Chinese Medicine, Heilongjiang University of Chinese Medicine, Harbin Heilongjiang

²Graduate School of Heilongjiang University of Chinese Medicine, Harbin Heilongjiang

Received: Nov. 25th, 2023; accepted: Dec. 19th, 2023; published: Dec. 27th, 2023

Abstract

Objective: To establish the quality standard of strong waist and relaxation. **Methods:** By thin layer chromatography, astrgali radix, chuanxiong rhizoma, *Angelica sinensis* radix, paeoniae radix alba,

*通讯作者。

文章引用: 柳长凤, 王倩楠, 刘晓禹. 强腰舒络散的质量标准研究[J]. 临床医学进展, 2023, 13(12): 19822-19832.

DOI: 10.12677/acm.2023.13122791

lycopi herba, *Curcuma rhizoma*, *Stephania tetrandra* radix and *Corydalis rhizoma* in the preparation were qualitatively analyzed to determine their active ingredients. High performance liquid chromatography was used to accurately detect peonosides, ferulic acid, isoflavone glucosides and verbascoside by high performance liquid chromatography. Results: The thin layer chromatography identification method has clear spots, high resolution, and no interference from the negative control, indicating that its specificity is good. The content determination showed that peony glycoside was 0.42356~1.48246 μg , ferulic acid was 0.04188~0.14658 μg , isoflavone glucoside was 0.16288~0.57008 μg , and verbascoside was 0.23020~0.80570 μg , with good linear relationship ($r \geq 0.9990$), and the RSD values of instrument precision, sample repeatability, stability and dosing recovery met the requirements. Conclusion: The created method is simple to operate, repeatable and exclusive, and can be used to establish quality standards for strong waist and relaxation.

Keywords

Strong Waist and Relaxation, Quality Standards, Thin Layer Chromatography, High Performance Liquid Phase, Content Determination

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

腰椎间盘突出症(lumbar intervertebral disc protrusion, LIDP)简称腰突症, 为临床常见病[1]。古代虽无“腰椎间盘突出症”这一病名, 但早有类似的症状描述, 《医学心悟》指出: “腰痛拘急, 牵引腿足”, 当属“腰痛”“腰腿痛”“痹症”等范畴。《素问·脉要精微论》曰: “腰者肾之府, 转摇不能, 肾将惫矣” [2]。强药舒络散是由腰痹通胶囊与当归补血汤加减而来, 且临床研究表明腰痹通胶囊可以通过促进炎症反应吸收而起到缓解 LIDP 患者腰部疼痛、恢复肢体功能等功效[3] [4] [5]。临床研究表明当归补血汤合肾四味加减可通过补益肝肾气血, 以化瘀通络止痛, 进而达到缓解 LIDP 患者疼痛及功能受限等症状[6]。具有活血化瘀, 通经止痛, 清热利尿, 补气固表之功。本方由黄芪、三七、牛膝、川芎、当归、白芍、狗脊、防己、醋延胡索、泽兰、车前子组成。为了保证药品质量, 并在临床中安全的应用与推广, 因此对强腰舒络散进行质量标准研究。

本研究参考《中国药典》2020 年版, 通过 TLC 法对方中的黄芪、川芎、当归、白芍、泽兰、防己、延胡索进行定性鉴别, 并对当归、川芎、白芍、黄芪、车前子 5 味药材中的 4 个特征成分, 即阿魏酸、芍药苷、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷进行 HPLC 含量测定, 为强腰舒络散质量标准提供参考依据。

2. 仪器与试剂

Waters e2695 型高效液相色谱仪(美国); 配 2998PDADetector 型蒸发光散射检测器(美国); JE502 型电子天平(上海浦春); SYG-A1-6 型电子恒温水浴锅(天津泰斯特); MS105DU 型电子分析天平(梅特勒-托利多); DZF-6050 真空干燥箱(上海恒科技); YJY-1823-06 型超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司); WFH-203C 四用紫外分析仪(上海驰唐)。阿魏酸标准品(中检所, 批号: 110773-201915); 当归对照药材(批

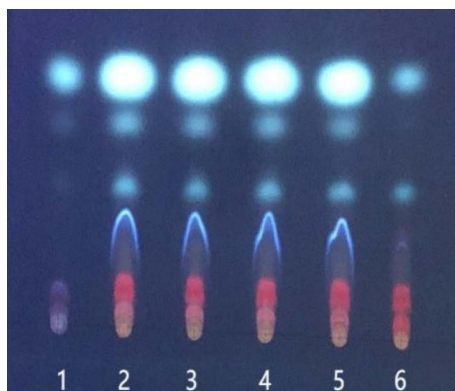
号: 120927-202118)、川芎对照药材(批号: 120918-201813)、泽兰对照药材(批号: 121081-201807)、白芍对照药材(批号: 120905-202011)、莪术对照药材(批号: 121628-201702)、防己对照药材(批号: 121279-202113)、延胡索对照药材(批号: 120928-201702)、芍药苷(批号: 110736-201943; 纯度 $\geq 95.1\%$)、阿魏酸(批号: 110773-201915; 纯度 $\geq 98.0\%$)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷(批号: 111920-201907; 纯度 $\geq 96.8\%$)、毛蕊花糖苷(批号: 111530-201914; 纯度 $\geq 95.2\%$)、以上均购自中国食品药品检定研究院; 水为纯化水; 乙腈为色谱纯。强腰舒络散(批号: 220401, 220402, 220403)及各单味药材均由河北全泰药业有限公司提供。

3. 方法与结果

3.1. TLC 鉴别

3.1.1. 当归的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 6 g, 加入乙醚 40 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 将残渣加乙酸乙酯 1 mL, 使其完全溶解, 作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.5 g, 按照相同的方法制备出三种不同的对照溶液: 对照药材溶液, 缺当归阴性对照溶液及缺当归与川芎的双阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 分别吸取对照药材溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为: 230401、230402、230403)、阴性对照溶液和双阴性对照溶液各 2 μ L, 在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为正己烷 - 乙酸乙酯(9:1)展开, 取出并晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。在供试品色谱中, 与对照药材色谱相比, 在相同位置显示出蓝色荧光斑点, 这些斑点的分离度极高, 且双阴性检测没有任何干扰。结果如图 1 所示。



1. 对照药材(reference medicinal material); 2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample); 6. 双阴性样品(Double-negative sample)。

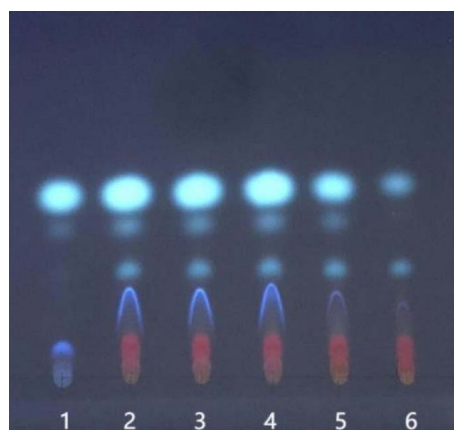
Figure 1. TLC chromatogram of *Angelica sinensis* radix

图 1. 当归 TLC 图

3.1.2. 川芎的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 6 g, 加入乙醚 40 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 将残渣加乙酸乙酯 1 mL, 使其完全溶解, 作为供试品溶液。另取川芎对照药材 0.5 g, 按照相同的方法制备出两种不同的对照溶液: 缺川芎阴性对照溶液及缺川芎与当归的双阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 分别吸取对照药材溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为: 220401、220402、220403)、阴性对照溶液和双阴性对照溶液各 2 μ L, 在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为正己烷 - 乙酸乙酯(9:1)展开, 取出并晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。在供试品色谱中, 与对照药材色谱相比, 在相同位置显示

出蓝色荧光斑点，这些斑点的分离度极高，且双阴性检测没有任何干扰。结果如图 2 所示。



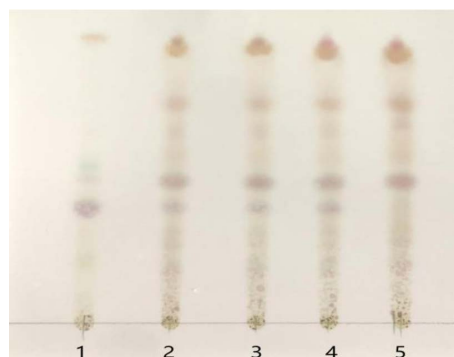
1. 对照药材(reference medicinal material);
2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample); 6. 双阴性样品(Double-negative sample)。

Figure 2. TLC chromatogram of chuanxiong rhizoma

图 2. 川芎 TLC 图

3.1.3. 泽兰的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 6 g，加入丙酮 40 mL，加热回流 1 h，滤过，滤液蒸干，将残渣加石油醚 (30°C~60°C) 10 mL，浸泡 2 min，弃去石油醚液，蒸干，将残渣加无水乙醇 0.5 mL，使其完全溶解，作为供试品溶液。另取泽兰对照药材 1 g，按照相同的方法制备出两种不同的对照溶液：对照药材溶液及缺泽兰的阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验，分别吸取对照药材溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为：220401、220402、220403)和阴性对照溶液各 3 μ L，在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为环己烷 - 三氯甲烷 - 乙酸乙酯 - 甲酸(20:5:8:0.1)展开，取出并晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，105°C 加热至斑点显色清晰。在供试品色谱中，与对照药材色谱相比，在相同位置显示出蓝色斑点，这些斑点的分离度极高，且阴性检测没有任何干扰。结果如图 3 所示。



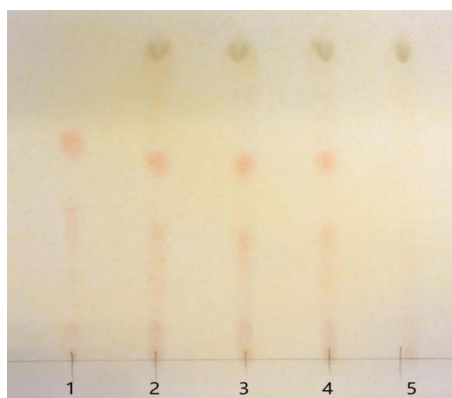
1. 对照药材(reference medicinal material);
2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample)。

Figure 3. TLC chromatogram of lycopi herba

图 3. 泽兰 TLC 图

3.1.4. 防己的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 4 g, 加入乙醇 30 mL, 加热回流 1 h, 放冷, 滤过, 滤液蒸干, 将残渣加乙醇 1 mL, 使其完全溶解, 作为供试品溶液。另取防己对照药材 0.2 g, 按照相同的方法制备出两种不同的对照溶液: 对照药材溶液及缺防己的阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 分别吸取对照药材溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为: 220401、220402、220403)和阴性对照溶液各 3 μ L, 在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为三氯甲烷 - 丙酮 - 甲醇 - 5%浓氨试液(6:1:1:0.1)展开, 取出并晾干, 喷以稀碘化铋钾试液。在供试品色谱中, 与对照药材色谱相比, 在相同位置显示出红色斑点, 这些斑点的分离度极高, 且阴性检测没有任何干扰。结果如图 4 所示。



1. 对照药材(reference medicinal material);
2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample)。

Figure 4. TLC chromatogram of *Stephania tetrandra* radix

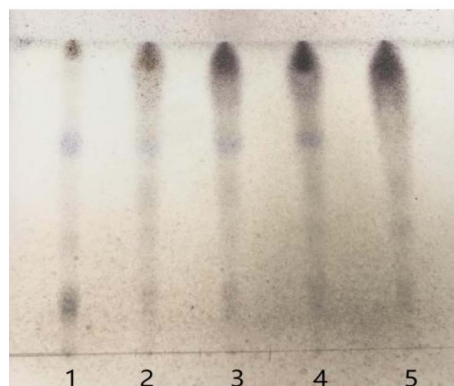
图 4. 防己 TLC 图

3.1.5. 白芍的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 8.5 g, 加入乙醚 40 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 药渣挥干后加乙酸乙酯 30 mL, 加热回流 1 h, 滤过, 滤液蒸干, 将残渣加甲醇 1 mL, 使其完全溶解, 作为供试品溶液。另取白芍对照药材 1 g, 按照相同的方法制备出两种不同的对照溶液: 对照药材溶液及缺白芍的阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 分别吸取对照药材溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为: 220401、220402、220403)和阴性对照溶液各 5 μ L, 在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为乙酸乙酯 - 丙酮 - 甲酸 - 水(10:6:2:0.5)展开, 取出并晾干, 喷以 5%香草醛硫酸溶液, 加热至斑点清晰。在供试品色谱中, 与对照药材色谱相比, 在相同位置显示出蓝色斑点, 这些斑点的分离度极高, 且阴性检测没有任何干扰。结果如图 5 所示。

3.1.6. 延胡索的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 9.6 g, 加入氨水 50 mL, 拌匀, 加乙醚 40 mL, 超声 20 min, 滤过, 滤液蒸干。将残渣加甲醇 1 mL, 使其完全溶解, 作为供试品溶液。另取延胡索对照药材 0.5 g, 按照相同的方法制备出两种不同的对照溶液: 对照药材溶液及缺延胡索的阴性对照溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 分别吸取对照药材溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为: 220401、220402、220403)和阴性对照溶液各 5 μ L, 在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为正己烷 - 三氯甲烷 - 甲醇(7.5:4:1)展开, 取出并晾干, 置碘缸中至斑点清晰, 取出, 挥尽硅胶板上的碘后, 置紫外灯(365 nm)下检视。在供试品色

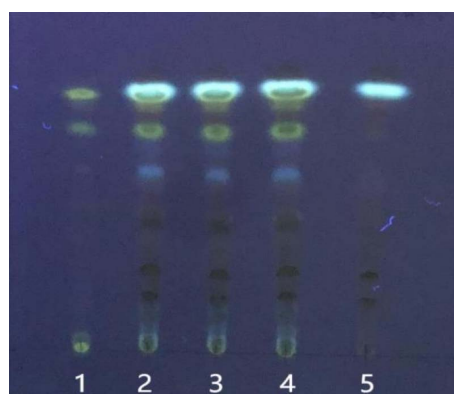


1. 对照药材(reference medicinal material);
2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample)。

Figure 5. TLC chromatogram of paeoniae radix alba

图 5. 白芍 TLC 图

谱中, 与对照药材色谱相比, 在相同位置显示出黄色斑点, 这些斑点的分离度极高, 且阴性检测没有任何干扰。结果如图 6 所示。



1. 对照药材(reference medicinal material);
2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample)。

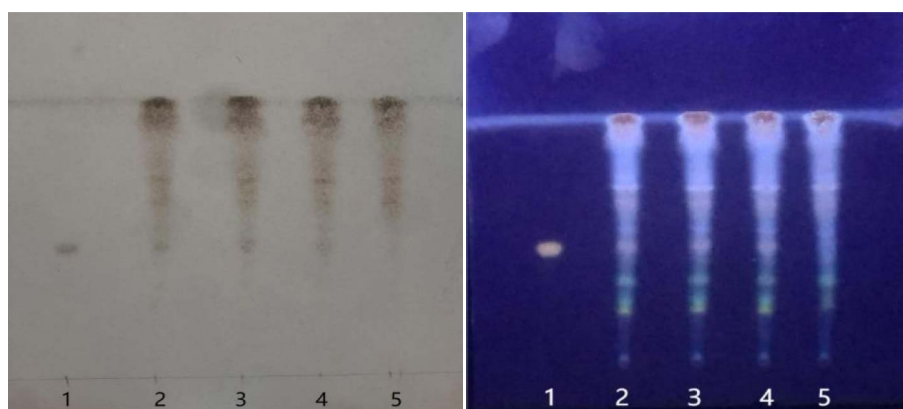
Figure 6. TLC chromatogram of *Corydalis rhizoma*

图 6. 延胡索 TLC 图

3.1.7. 黄芪的 TLC 鉴别

称取强腰舒络散粉末 3 g, 加入甲醇 20 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 将残渣加水 20 mL, 使其完全溶解, 用水饱和正丁醇溶液 20 mL 洗涤 2 次, 合并水饱和正丁醇溶液, 用氨水 20 mL 洗涤 2 次, 再用正丁醇饱和水 20 mL 洗涤 2 次, 弃去洗涤液, 正丁醇液蒸干, 将残渣加甲醇 1 mL, 使其完全溶解, 作为供试品溶液。同法制成缺黄芪的阴性对照溶液。另取黄芪甲苷 1 mg, 精密加入甲醇 1 mL 使其完全溶解, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502)试验, 分别吸取对照品溶液、供试品溶液(强腰舒络散批号依次为: 220401、220402、220403)和阴性对照溶液各 3 μ L, 在同一硅胶 G 薄层板上以展开系统为三氯甲烷 - 乙酸乙酯 - 甲醇 - 水(10:20:11:5)的下层溶液展开, 取出并晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点清晰, 分别置于日光和紫外光灯(365 nm)下检视。在供试品色谱中, 与

对照药材色谱相比,在相同位置显示出蓝黄色斑点,这些斑点的分离度极高,且阴性检测没有任何干扰。结果如图7所示。



1. 对照药材(reference medicinal material); 2~4. 供试品(1, 2, 3) [sample (1, 2, 3)]; 5. 阴性样品(negative sample)。

Figure 7. TLC chromatogram of astragalus radix
图 7. 黄芪 TLC 图

3.2. 含量测定

3.2.1. 对照品溶液的制备

用电子分析天平精密称定芍药苷对照品 6.05 mg、阿魏酸对照品 7.11 mg、毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品 5.42 mg、毛蕊花糖苷对照品 7.57 mg, 分别溶于 10 mL 甲醇中, 得到对照品母液; 分别吸取对照品母液各适量于同一量瓶中, 并用甲醇稀释定容, 得到芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷混合对照品溶液, 浓度分别为 105.89, 10.47, 40.72, 57.55 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

3.2.2. 供试品溶液的制备

精密称取强腰舒络散粉末 5 g, 加入甲醇 25 mL, 置 100 ml 具塞锥形瓶中, 密塞, 超声(功率比 99%, 频率 45 kHz) 30 min, 放冷, 滤过, 取上清液即得供试品溶液。

3.2.3. 阴性样品溶液的制备

按照强腰舒络散处方比例精密称取各味药材, 按“3.2.2”项下制备供试品溶液方法得到缺当归、川芎、白芍、黄芪、车前子以及缺当归与川芎的阴性样品溶液。

3.2.4. 色谱条件的确定

色谱柱: SwellChromplus[®]C18 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μm); 流动相为乙腈(A)-0.2%磷酸溶液(B)-水(C), 梯度洗脱(0~18 min, 5% \rightarrow 10%A, 85% \rightarrow 80%B; 18~60 min, 10% \rightarrow 10%A, 80% \rightarrow 80%B; 60~80 min, 10% \rightarrow 15%A, 80% \rightarrow 75%B)。柱温为 30 $^{\circ}\text{C}$; 流速为 1 mL $\cdot\text{min}^{-1}$; 进样量为 10 μl , 检测波长为 250 nm; 强腰舒络散中 4 个成分分离度均 >1.5 , 分离效果良好, 同时阴性无干扰, 符合含量测定的要求。结果见图 8。

3.2.5. 线性关系考察

按“3.2.1”项下的方法混合对照品溶液, 按“3.2.4”项下色谱条件测定峰面积, 分别进样 4, 6, 8, 10, 12, 14 μL , 以进样量为横坐标(x)、峰面积为纵坐标(y), 绘制标准曲线, 可知各成分在其范围内线性关系良好。结果见表 1。

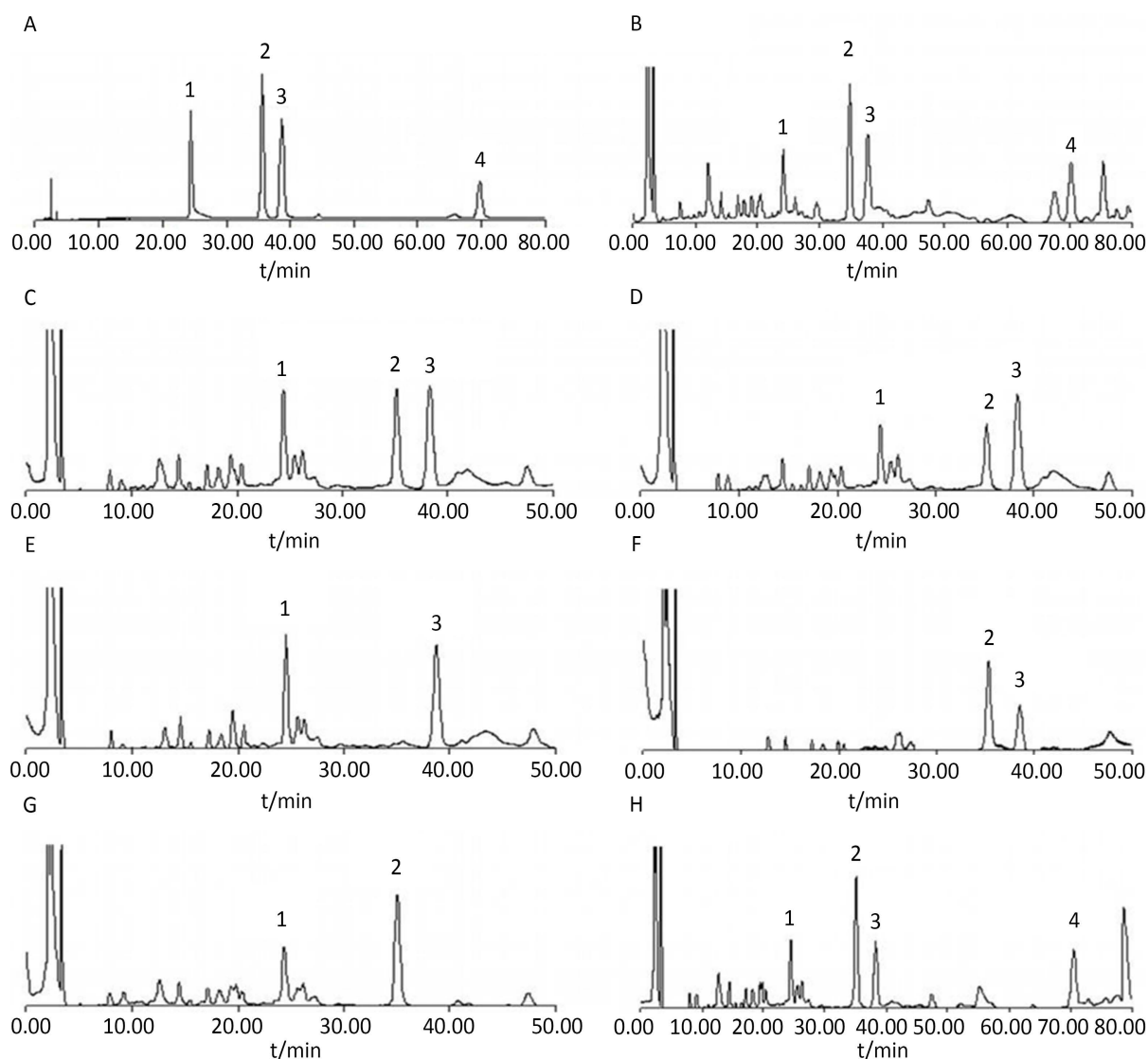


Figure 8. HPLC chromatogram. 1, Paeoniflorin; 2, Calycosin-7-glucosideacid; 3, Stames coside; 4, Stameningly cosides; A, Mixed controls; B, Test product; C, The lack of *Angelica sinensis* radix negative sample; D, The deficiency chuanxiong rhizoma negative sample; E, The lack of *Angelica sinensis* radix and chuanxiong rhizome negative sample; F, Deficiency paeoniae radix alba negative sample; G, *Astragalus* deficiency negative sample; H, *Psyllium* deficiency negative sample)

图 8. HPLC 图谱。(1——芍药苷；2——阿魏酸；3——毛蕊异黄酮葡萄糖苷；4——毛蕊花糖苷；A——混合对照品；B——供试品；C——缺当归阴性样品；D——缺川芎阴性样品；E——缺当归与川芎阴性样品；F——缺白芍阴性样品；G——缺黄芪阴性样品；H——缺车前子阴性样品)

Table 1. Standard curve equations with linear ranges

表 1. 标准曲线方程与线性范围

成分	回归方程	r	线性范围/ μg
芍药苷	$Y = 48913.15X - 20718.4$	0.9996	0.42356~1.48246
阿魏酸	$Y = 87016.74286X - 37889.01905$	0.9991	0.04188~0.14658
毛蕊异黄酮葡萄糖苷	$Y = 73510.34286X - 39355.75238$	0.9990	0.16288~0.57008
毛蕊花糖苷	$Y = 34853.37143X - 83553.00952$	0.9992	0.23020~0.80570

3.2.6. 仪器精密度试验

精密吸取“3.2.1”项下对照品溶液，按“3.2.4”项下色谱条件测定峰面积，重复进样6次，芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷成分峰峰面积的RSD值分别为0.87%，2.00%，1.76%，2.30%，均<4.00%，表明仪器日内精密度良好。

3.2.7. 重复性试验

取同一批次强腰舒络散精密称定6份，每份约5g，按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液，按“3.2.4”项下色谱条件分别进样测定，计算含量及RSD值。芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷的RSD值分别为2.23%，0.37%，0.95%，2.08%，RSD值均<3%，表明方法重复性良好。

3.2.8. 稳定性试验

取强腰舒络散粉末5g，精密称定，按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液，精密吸取该供试品溶液10μL，按“3.2.4”项下色谱条件分别在0，2，4，8，12，24h测定峰面积，记录峰面积并计算其RSD值。芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷的RSD值分别为2.60%，1.87%，2.31%，2.26%，表明供试品在24h内较为稳定。

3.2.9. 加样回收率试验

取同一批强腰舒络散粉末5g，精密称定6份，按已知含量的100%水平加入芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷对照品，按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液，再按“3.2.4”项下色谱条件进样，测定峰面积，计算含量和加样回收率。芍药苷、阿魏酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、毛蕊花糖苷的加样回收率均在90%~110%，RSD<3%，结果见表2。

Table 2. Experimental results of recovery rate (n = 6)

表 2. 回收率试验结果(n = 6)

成分	样品含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	加样回收率/%	平均加样回收率/%	RSD 值/%
	0.4690	0.4883	0.8950	96.06		
	0.4690	0.4883	0.9089	99.19		
	0.4690	0.4883	0.9215	102.06		
芍药苷					100.21	2.46
	0.4690	0.4883	0.9219	102.12		
	0.4690	0.4883	0.9230	102.37		
	0.4690	0.4883	0.9101	99.47		
	0.0494	0.0423	0.0856	98.07		
	0.0494	0.0423	0.0848	97.09		
	0.0494	0.0423	0.0855	97.93		
阿魏酸					97.87	0.67
	0.0494	0.0423	0.0863	98.89		
	0.0494	0.0423	0.0856	98.02		
	0.0494	0.0423	0.0849	97.20		
	0.1476	0.1816	0.3140	102.30		
	0.1476	0.1816	0.3126	101.81		
	0.1476	0.1816	0.3127	101.83		

Continued

毛蕊异黄酮 葡萄糖苷				102.19	0.32
	0.1476	0.1816	0.3143	102.40	
	0.1476	0.1816	0.3137	102.19	
	0.1476	0.1816	0.3150	102.64	
	0.3800	0.3353	0.5323	89.75	
	0.3800	0.3353	0.5484	93.41	
	0.3800	0.3353	0.5404	91.61	
毛蕊花糖苷				90.05	2.31
	0.3800	0.3353	0.5262	88.36	
	0.3800	0.3353	0.5299	89.19	
	0.3800	0.3353	0.5245	87.99	

3.2.10. 样品含量测定

取强腰舒络散粉末 3 批, 每批平行 2 次, 精密称定 6 份, 按“3.2.2”项下方法制备供试品溶液。精密吸取供试品溶液 10 μL , 按“3.2.4”项下色谱条件进样, 测定峰面积, 计算含量, 结果见表 3。

Table 3. Content determination

表 3. 含量测定

批号	成分含量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$			
	芍药苷	阿魏酸	毛蕊异黄酮葡萄糖苷	毛蕊花糖苷
220401	0.090564	0.010066	0.027999	0.089046
220402	0.091009	0.010323	0.028387	0.090635
220403	0.094942	0.010842	0.030257	0.092790
220404	0.092569	0.010630	0.030219	0.089799
220405	0.099032	0.010890	0.030900	0.084329
220406	0.094658	0.010905	0.029405	0.088678

4. 讨论

4.1. TLC 分析

研究采用 TLC 法[7] [8] [9]鉴别强腰舒络散中的黄芪、川芎、当归、白芍、泽兰、醋莪术、防己、醋延胡索 8 味药材, 参照《中国药典》2020 年版一部相关药材鉴别方法, 通过对鉴别方法、展开系统组成、显色方式等反复试验, 最终得到 8 味药材的鉴别方法分离度高, 专属性好, 可以纳入强腰舒络散质量控制标准。对于强腰舒络散中狗脊、桑寄生、杜仲和车前子等的薄层鉴别结果, 分别出现阴性有干扰、斑点不清晰等问题, 故未将其收入质量标准。

4.2. HPLC 分析

研究比较了不同流动相比比例(乙腈-甲醇-0.2%磷酸水溶液、乙腈-0.5%乙酸水溶液、甲醇-0.5%磷酸水溶液、四氢呋喃-甲醇-5 mmol/L 枸橼酸水溶液)、检测波长(240, 320, 324, 330 nm) [10] [11] [12] [13]、柱

温(25℃, 30℃, 35℃)、流速(0.3, 0.8, 1.0 mL·min⁻¹), 根据 4 个成分的峰型、分离度、重现性与干扰峰等确定了最佳色谱条件。在供试品溶液的制备中, 反复试验了不同的提取溶剂(乙醇、甲醇、60%乙醇、60%甲醇、70%甲醇)、提取方法(超声、加热回流)、提取时间(15, 30, 45, 60 min), 确定重复性好、专属性强的最佳方法。确定了芍药苷在 0.42356~1.48246 μg, 阿魏酸在 0.04188~0.14658 μg, 毛蕊异黄酮葡萄糖苷在 0.16288~0.57008 μg, 毛蕊花糖苷在 0.23020~0.80570 μg, 线性关系良好。

5. 结语

本研究在崇尚经典的基本原则下, 以发展的角度认识明方和复方制剂的研究。本研究将强腰舒络散采用薄层色谱法, 建立了强腰舒络散的定性鉴别和含量测定方法。该方法简单、准确、稳定, 为后续强腰舒络散相关制剂的研发以及质量标准研究奠定了基础。采用高效液相色谱法对药材进行精确检测, 结果显示线性关系良好, 仪器精密度、样品重复性、稳定性与加样回收率的 RSD 值均符合要求。所建立的方法简便、准确、重复性好, 为强腰舒络散的质量标准的制定提供了一定依据。

参考文献

- [1] 周楠, 房敏, 朱清广, 等. 推拿手法治疗腰椎间盘突出症腰背伸肌群生物力学特性评价研究[J]. 中华中医药杂志, 2012, 27(3): 562-566.
- [2] 莫伟, 许金海, 叶洁, 等. 腰椎间盘突出症中医治疗方法的研究进展[J]. 中国中医急症, 2016, 25(3): 474-476.
- [3] 陈媛儿, 冯莺. 腰椎间盘突出症患者中医辨证施护的研究进展[J]. 中华护理杂志, 2017, 52(5): 604-607.
- [4] 闫海威. 腰痹通胶囊治疗腰椎间盘突出症的近期疗效及其对炎症因子的影响[J]. 临床合理用药杂志, 2022, 15(1): 114-116.
- [5] 隋晓辉. 腰痹通胶囊治疗腰椎间盘突出症患者的临床疗效[J]. 中国药物经济学, 2020, 15(12): 62-65.
- [6] 张霞. 当归补血汤合肾四味加减治疗肝肾亏虚型腰椎间盘突出症的效果分析[J]. 医学理论与实践, 2020, 33(20): 3408-3409.
- [7] 唐斌斌, 杜书君, 郝保华. 黄芪补气养血合剂质量标准研究[J]. 中国药业, 2018, 27(22): 40-42.
- [8] 曾卫阳, 黄丽彬, 黄灿华, 等. 当归补血糖浆质量标准研究[J]. 中国药师, 2002(5): 263-264.
- [9] 孙相民. 颈痛胶囊质量标准的研究[J]. 中国实用医药, 2010, 5(19): 23-24.
- [10] 田伟, 甄亚钦, 范帅帅, 等. 高效液相色谱法同时测定车前子配方颗粒中京尼平苷酸、咖啡酸、毛蕊花糖苷和异毛蕊花糖苷的含量[J]. 中国药学杂志, 2018, 53(2): 140-144.
- [11] 何泽源, 张妍妍, 林楠, 等. HPLC 法同时测定复方活血胶囊中 6 种成分[J]. 中成药, 2021, 43(4): 867-870.
- [12] 高展, 孙玉侠, 阚红玉, 等. 养血清脑颗粒质量标准研究[J]. 广东药学院学报, 2011, 27(5): 483-488.
- [13] 刘永生, 李晓坤, 王金菊. 新生化颗粒质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(5): 95-97.