doi:10.3969 / j.issn.1006 - 4931.2022.09.001

除脂祛湿生发丸质量标准研究*

普　娟[1],马云淑[1],张贵华[2],梅佳华[1],高家菊[1],叶建州[2△]

(1. 云南中医药大学中药学院·云南省高校外用给药系统与制剂技术研究重点实验室·云南省南药可持续利用重点实验室,云南 昆明　650500;　2. 云南中医药大学第一附属医院,云南 昆明　650021)

摘要:目的　建立除脂祛湿生发丸的质量标准。**方法**　采用薄层色谱法定性鉴别方中菟丝子、枸杞子、生地黄、当归、茯苓药材。采用高效液相色谱法测定方中菟丝子、当归指标性成分金丝桃苷和阿魏酸的含量,色谱柱为Eclipse Plus C_{18}柱(250 mm×4.6 mm,5 μm),流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液(22:78, *V* / *V*,金丝桃苷)和甲醇-1%醋酸溶液(25:75, *V* / *V*,阿魏酸),流速为1.0 mL / min,检测波长为360 nm(金丝桃苷)和316 nm(阿魏酸),柱温为30 ℃,进样量为5 μL。按2020年版《中国药典(四部)》通则0108丸剂项下规定,检查制剂的性状、重量差异、水分、溶散时限。**结果**　薄层色谱专属性强,特征斑点清晰,且阴性对照无干扰。金丝桃苷、阿魏酸进样量分别在0.021~0.270 μg和0.016~0.400 μg范围内与峰面积线性关系良好(r = 0.999 1, 1.000 0, n = 7);加样回收率分别为98.30%和101.19%,*RSD*分别为2.07%和1.38%(n = 6);精密度、稳定性、重复性试验结果的*RSD*均小于2.00%;3批样品平均含量分别为0.223 1 mg / g和0.089 5 mg / g。3批样品的性状、重量差异(2.55%)、水分(7.30%)、溶散时限(4.52 min)均符合2020年版《中国药典(四部)》规定。**结论**　所建立的方法操作简便、结果准确、重复性好,可用于除脂祛湿生发丸的质量控制。

关键词:除脂祛湿生发丸;薄层色谱法;高效液相色谱法;质量标准

中图分类号:R932;R284.1　　**文献标志码:A**　　**文章编号:1006-4931(2022)09-0082-05**

Quality Standard of Chuzhi Qushi Shengfa Pills

PU Juan[1], MA Yunshu[1], ZHANG Guihua[2], MEI Jiahua[1], GAO Jiaju[1], YE Jianzhou[2]

(1. School of Chinese Materia Medica, Yunnan University of Chinese Medicine · Yunnan University Key Laboratory of External Drug Delivery System and Preparation Technology Research · Yunnan Key Laboratory of Sustainable Utilization of Southern Medicine, Kunming, Yunnan, China　650500; 2. The First Affiliated Hospital of Yunnan University of Chinese Medicine, Kunming, Yunnan, China　650021)

Abstract: Objective　To establish the quality standard of Chuzhi Qushi Shengfa Pills. **Methods**　Cuscutae Semen, Lycii Fructus, Rehmanniae Radix, Angelicae Sinensis Radix and Poria in the preparation were identified by the thin-layer chromatography (TLC) method. The content of index ingredients hyperoside and ferulic acid in Cuscutae Semen and Angelicae Sinensis Radix in the preparation was determined by the high-performance liquid chromatography (HPLC) method. The chromatographic column was Eclipse Plus C_{18} column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (22∶78, *V* / *V*,

*基金项目:云南省科学技术厅科技创新人才计划项目[2019HC001]。

第一作者:普娟,女,在读硕士研究生,研究方向为中药药剂学,(电子信箱)2463846974@qq.com。

△通信作者:叶建州,男,博士,主任医师,教授,研究方向为变态反应性皮肤病与免疫性皮肤病的中医药基础及临床治疗,(电子信箱)kmyjz63@sina.com。

[12] 耿　帅,赵育林,曾　凯,等. 丹皮酚的研究进展[J]. 中国新药与临床杂志,2016,35(5):310-313.
[13] 张育贵,张淑娟,边甜甜,等. 芍药苷药理作用研究新进展[J]. 中草药,2019,50(15):3735-3740.
[14] 李会婷,史天陆,付恩桃,等. RP-HPLC法同时测定咽炎片中黄芩苷和丹皮酚的含量[J]. 西部中医药,2020,33(1):56-59.
[15] 张　璐,姜志戎,尹　萌,等. 高效液相色谱法同时测定益肾壮骨丸中芍药苷、莫诺苷和马钱苷含量[J]. 中国药业,2020,29(21):56-59.
[16] 米振清. HPLC波长切换法同时测定鼻咽清毒颗粒中8种成分的含量[J]. 中国药师,2020,23(11):2274-2277.
[17] 郑　佳,林海霞. HPLC法同时测定气管炎丸中6个活性成分的含量[J]. 药物分析杂志,2021,41(2):219-225.
[18] 任　莹,范姣姣,张　鑫. 高效液相色谱法同时测定安坤胶囊中栀子苷、芍药苷、特女贞苷、蟛蜞菊内酯和丹皮酚的含量[J]. 中南药学,2019,17(10):1699-1702.
[19] 孙　华. 高效液相色谱法测定丹栀逍遥丸中6个成分的含量[J]. 药物分析杂志,2020,40(2):346-351.
[20] 肖何芳. 抗炎退热片高效液相色谱指纹图谱的建立及其7种成分含量测定[J]. 中国药业,2020,29(21):62-66.
[21] 施崇精,李雨珂,刘小妹,等. HPLC-DAD多波长切换指纹图谱结合化学计量学评价不同产地川牛膝的药材质量[J]. 中华中医药杂志,2019,34(6):2431-2436.
[22] 祝　芳,陈　顺. HPLC波长切换法同时测定黄金连清解片中有效主成分的含量[J]. 山西医科大学学报,2020,51(10):1123-1127.
[23] 李　翔,代泓怡. HPLC波长切换法同时测定天麻醒脑胶囊中8种成分的含量[J]. 中医药导报,2020,26(11):50-53.
[24] 方　艳,罗　颂,张　晶,等. 一测多评法同时测定小儿麻甘颗粒中5种成分含量[J]. 中国药师,2018,21(3):515-518.
[25] 胡瑞雪,梁元昊,徐文丽,等. 一测多评法在中药中的应用及研究进展[J]. 药物分析杂志,2019,39(11):1968-1979.

(收稿日期:2021-09-10;修回日期:2021-12-27)

hyperoside) and methanol - 1% acetic acid solution (25 ∶ 75, *V* / *V*, ferulic acid), the flow rate was 1.0 mL / min, the detection wavelength was set at 360 nm for hyperoside and 316 nm for ferulic acid, the column temperature was 30 ℃ and the injection volume was 5 μL. The properties, weight differences, moisture and dissolution time of the preparation were determined according to the of the general rule 0108 of the *Chinese Pharmacopoeia* (2020 Edition, Volume Ⅳ). **Results** TLC chromatograms had strong specificity, clear characteristic spots and no interference of negative control. The linear ranges of hyperoside and ferulic acid were 0.021 - 0.270 μg and 0.016 - 0.400 μg (r = 0.999 1, 1.000 0, n = 7). The recoveries of hyperoside and ferulic acid were 98.30% and 101.19% with *RSD*s of 2.07% and 1.38% (n = 6), respectively. The *RSD*s of precision, stability and repeatability tests were less than 2.00%. The average contents of hyperoside and ferulic acid in the three batches of samples were 0.223 1 mg / g and 0.089 5 mg / g. The properties, weight differences (2.55%), moisture (7.30%) and dissolution time(4.52 min) of the three batches of samples met the requirements of the *Chinese Pharmacopoeia* (2020 Edition, Volume Ⅳ). **Conclusion** The established method is simple, accurate and reproducible, which can be used for the quality control of Chuzhi Qushi Shengfa Pills.

Key words: Chuzhi Qushi Shengfa Pills; TLC; HPLC; quality standard

脂溢性脱发由雄激素及其受体异常引起，中医称为“发蛀脱发”“蛀发癣”，为皮肤科临床常见病与多发病[1-3]。除脂祛湿生发方为云南某医院治疗脂溢性脱发的临床经验方，原为汤剂，为扩大临床使用范围和提高患者用药依从性，拟开发为丸剂。由菟丝子、枸杞子、地黄、当归、茯苓等9味中药组方，具有清肺胃之阴、养阴补肾功效。前期研究中已完成除脂祛湿生发丸的制备工艺优化，本研究中建立了制剂的质量标准，以期为后续自动化生产提供质量保障。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

1260 Infinity 型高效液相色谱仪（美国 Aglient 科技有限公司）；SB - 4200 DTD 型超声波清洗机（宁波新芝生物科技股份有限公司，功率为 200 W，频率为 40 kHz）；101 - 2AB 型电热鼓风干燥箱（天津市泰斯特仪器有限公司）；薄层层析硅胶 G 板（青岛海洋化工厂）；聚酰胺薄膜（浙江省台州市路桥四青生化材料厂）；R2000 - 30 型电子分析天平（奥豪斯仪器有限公司，精度为十万分之一）；SY - 30 型四用片剂测定仪（郑州南北仪器设备有限公司）。

1.2 试药

除脂祛湿生发丸（实验室自制，批号分别为 20191101，20191102，20191103，规格为每丸 0.06 g）；金丝桃苷对照品（批号为 111521 - 201809）、阿魏酸对照品（批号为 110773 - 201915）纯度均大于 98%，生地黄对照药材（批号为 121180 - 201506），茯苓对照药材（批号为 121117 - 201509），枸杞子对照药材（批号为 121072 - 201611），当归对照药材（批号为 120927 - 201517），均购自中国食品药品检定研究院；乙腈、甲醇（色谱纯，德国默克公司）；其余试剂均为分析纯，水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 外观性状

本品外观呈棕褐色，气微，味微苦。

2.2 薄层色谱（TLC）鉴别

菟丝子：分别取 3 批样品各适量，研细，取粉末 2 g，加甲醇 40 mL，加热回流 30 min，放冷，滤过，蒸干，残渣加甲醇 1 mL，作为供试品溶液。取金丝桃苷对照品，加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液，作为对照品溶液。按处方和制备工艺制备不含菟丝子的阴性样品，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药典（四部）》通则 0502 TLC 法试验，吸取上述溶液各 10 μL，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯 - 丙酮 - 甲酸 - 水（20∶2∶1.5∶2，*V* / *V* / *V* / *V*）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 三氯化铝溶液，置紫外光灯（365 nm）下检视。结果供试品溶液色谱中，在与对照品溶液色谱相应位置上显相同黄色荧光斑点，且阴性对照无干扰。色谱图见图 1 A。

枸杞子：分别取 3 批样品各适量，研细，取粉末 1 g，加水 35 mL，加热煮沸 15 min，放冷，滤过，滤液用乙酸乙酯 15 mL 振摇提取，分取乙酸乙酯液，浓缩至 1 mL，作为供试品溶液。同法制备对照药材溶液。按处方和制备工艺制备不含枸杞子的阴性样品，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药典（四部）》通则 0502 TLC 法试验，吸取上述溶液各 5 μL，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯 - 三氯甲烷（3∶2，*V* / *V*）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365 nm）下检视。结果供试品溶液色谱中，在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同黄色荧光斑点，且阴性对照无干扰。色谱图见图 1 B。

生地黄：分别取 3 批样品各适量，研细，取粉末 4 g，加水 60 mL，煎煮 30 min，放冷，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇萃取 2 次，每次 20 mL，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇 1 mL，作为供试品溶液。同法制备对照药材溶液。按处方和制备工艺制备不含生地黄的阴性样品，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液[3]。按 2020 年版《中国药典（四部）》通则 0502 TLC 法试验，吸取上

述溶液各10 μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二甲苯－乙酸乙酯（2∶3，*V*/*V*）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，105 ℃加热至斑点显色清晰。结果供试品溶液色谱中，在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同斑点，且阴性对照无干扰。色谱图见图1 C。

当归：分别取3批样品各适量，研细，取粉末1 g，加甲醇20 mL，超声（功率为200 W，频率为40 kHz）15 min，滤过，滤液浓缩至1 mL，作为供试品溶液。同法制备当归对照药材溶液。按处方和制备工艺制备不含当归的阴性样品，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典（四部）》通则0502 TLC法试验，吸取上述溶液各2 μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷－乙酸乙酯（8∶1，*V*/*V*）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365 nm）下检视。结果供试品溶液色谱中，在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同黄色荧光斑点，且阴性对照无干扰。色谱图见图1 D。

茯苓：分别取3批样品各适量，研细，取粉末1 g，加乙醚50 mL，超声（功率为200 W，频率为40 kHz）10 min，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1 mL使溶解，作为供试品溶液。同法制备对照药材溶液。按处方和制备工艺制备不含当归的阴性样品，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典（四部）》通则0502 TLC法试验，吸取上述溶液各15 μL，以甲苯－乙酸乙酯－甲酸（5∶1∶0.1，*V*/*V*/*V*）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，105 ℃加热至斑点显色清晰。结果供试品溶液色谱中，在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同斑点，且阴性对照无干扰。色谱图见图1 E。

2.3 一般检查

按2020年版《中国药典（四部）》通则0108丸剂项下规定对3批（批号分别为20191101，20191102，20191103）样品进行检验，结果均符合规定。详见表1。

表1 3批样品检查结果

Tab. 1 Determination results of the three batches of samples

项目	药典规定	批号			$\bar{X}$
		20191101	20191102	20191103	
水分（%）	≤9.0	7.26	7.36	7.28	7.30
重量差异（%）	±12	2.73	2.66	2.25	2.55
溶散时限（min）	<60	4.43	4.58	4.55	4.52

2.4 含量测定

2.4.1 色谱条件与系统适用性试验

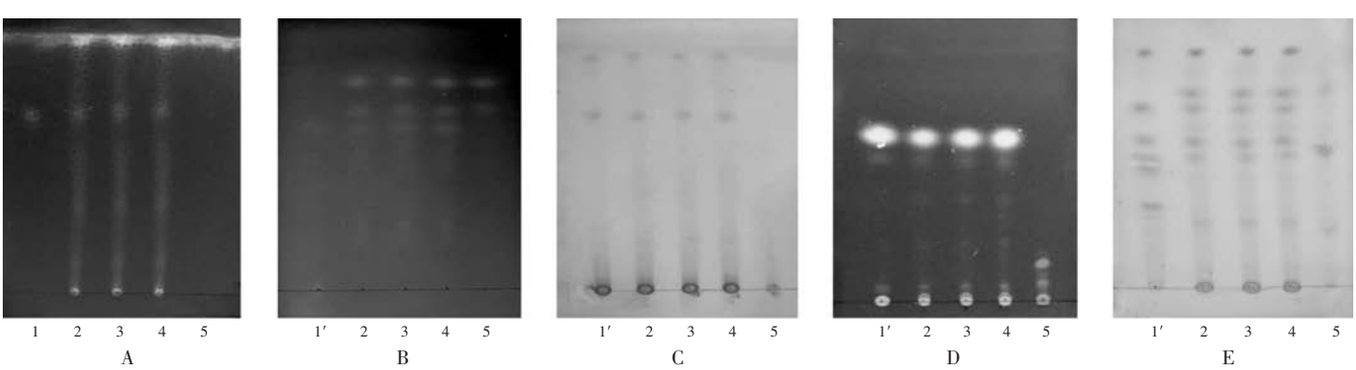
色谱柱：Eclipse Plus C_{18}柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相：乙腈－0.1%磷酸溶液（22∶78，*V*/*V*，金丝桃苷）和甲醇－1%醋酸溶液（25∶75，*V*/*V*，阿魏酸）；流速：1.0 mL/min；柱温：30 ℃；检测波长：360 nm（金丝桃苷）和316 nm（阿魏酸）；进样量：5 μL。理论板数按金丝桃苷和阿魏酸峰计均不低于5 000。

2.4.2 溶液制备

对照品溶液：分别取金丝桃苷对照品10 mg、阿魏酸对照品12 mg，精密称定，加甲醇制成质量浓度为1 mg/mL的金丝桃苷对照品母液、1.2 mg/mL的阿魏酸对照品母液；分别精密量取上述溶液560 μL和334 μL，置25 mL容量瓶中，加甲醇制成质量浓度为22.40 μg/mL的金丝桃苷对照品溶液、16.032 μg/mL的阿魏酸对照品溶液。

供试品溶液：取3批样品各适量，研细，取粉末5 g，精密称定，加甲醇溶解，超声30 min，摇匀，用甲醇定容至50 mL容量瓶中，作为金丝桃苷供试品溶液。取粉末2 g，精密称定，加70%甲醇25 mL，稳定质量，超声（功率为200 W，频率为40 kHz）30 min，补足减失的质量，作为阿魏酸供试品溶液。

阴性对照品溶液：按处方工艺取缺菟丝子和当归的其他药材，按供试品溶液制备方法制备缺菟丝子和



1. 对照品溶液 1′. 对照药材溶液 2－4. 供试品溶液 5. 阴性对照品溶液

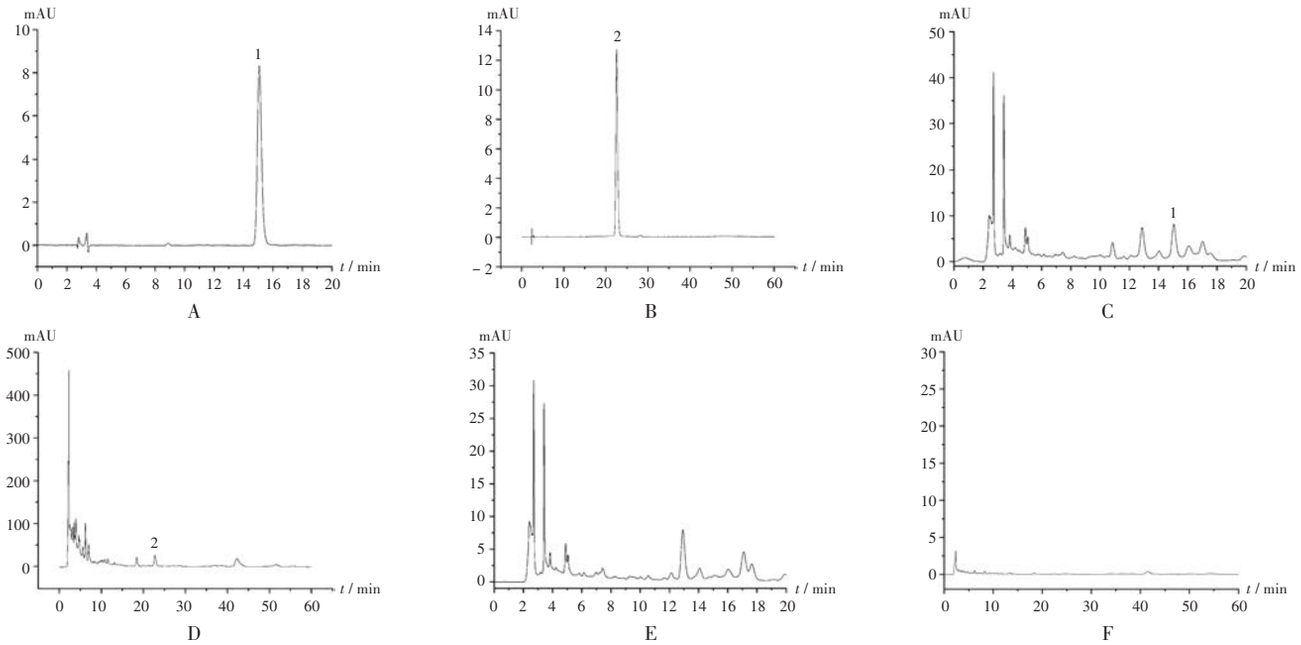
A. 菟丝子（365 nm） B. 枸杞子（365 nm） C. 生地黄 D. 当归（365 nm） E. 茯苓

图1 薄层色谱图

1. Reference solution 1′. Reference medicinal materials solution 2－4. Test solution 5. Negative reference solution

A. Cuscutae Semen（365 nm） B. Lycii Fructus（365 nm） C. Rehmanniae Radix D. Angelicae Sinensis Radix（365 nm） E. Poria

Fig. 1 TLC chromatograms



1. 金丝桃苷(360 nm)　2. 阿魏酸(316 nm)

A, B. 对照品溶液　C, D. 供试品溶液　E, F. 阴性对照品溶液

图2　高效液相色谱图

1. Hyperoside(360 nm)　2. Ferulic acid(316 nm)

A, B. Reference solution　C, D. Test solution　E, F. Negative reference solution

Fig. 2　HPLC chromatograms

当归的阴性对照品溶液。

2.4.3　*方法学考察*

专属性试验：取2.4.2项下6种溶液，按2.4.1项下色谱条件进样测定。结果供试品溶液色谱与对照品溶液色谱主峰相同，且阴性对照品溶液色谱相同位置处无吸收，对测定无干扰。色谱图见图2。

线性关系考察：分别精密吸取2.4.2项下金丝桃苷对照品溶液1，2，4，6，8，10，12 μL，阿魏酸对照品溶液1，2，5，10，15，20，25 μL，按2.4.1项下色谱条件依次进样测定，记录峰面积。以进样量(X，μg)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归，得回归方程 $Y_{金}$ = 34.053$X_{金}$ + 1.216 6 (r = 0.999 1，n = 7)、$Y_{阿}$ = 76.369$X_{阿}$ − 0.874 3 (r = 1.000 0，n = 7)。结果表明，金丝桃苷、阿魏酸进样量分别在0.021～0.270 μg和0.016～0.400 μg范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验：取2.4.2项下金丝桃苷、阿魏酸对照品溶液各适量，按2.4.1项下色谱条件连续进样测定6次，记录峰面积。结果金丝桃苷、阿魏酸峰面积的*RSD*分别为0.54%和0.15%(n = 6)，表明仪器精密度良好。

重复性试验：取样品(批号为20191101)适量，按2.4.2项下方法配制供试品溶液，共6份，按2.4.1项下色谱条件进样测定，记录峰面积。结果金丝桃苷、阿魏酸峰面积的*RSD*分别为1.07%和0.08%(n = 6)，表明方法重复性良好。

稳定性试验：取样品(批号为20191101)适量，按2.4.2项下方法制备供试品溶液，分别于室温下放置0，4，8，12，16，20，24 h时按2.4.1项下色谱条件进样测定，记录峰面积。结果金丝桃苷、阿魏酸峰面积的*RSD*分别为0.92%和0.07%(n = 7)，表明供试品溶液在室温下放置24 h稳定性良好。

加样回收试验：取已知含量的样品(批号为20191101)，共6份，精密称定，分别加入金丝桃苷对照品0.55 mg、阿魏酸对照品0.18 mg，按2.4.2项下方法制备供试品溶液，按2.4.1项下色谱条件进样测定，记录峰面积，并计算加样回收率。结果见表2。

2.4.4　*样品含量测定*

取3批样品，按2.4.2项下方法制备供试品溶液，按2.4.1项下色谱条件进样测定3次，记录峰面积，并计算含量。结果见表3。

3　讨论

3.1　TLC条件筛选

菟丝子：2020年版《中国药典(一部)》中菟丝子鉴别以聚酰胺薄膜为固定相，但聚酰胺薄膜载体是塑料，易皱曲，难以平稳放入展开缸内，导致色谱效果差。故选择硅胶G薄层板，以乙酸乙酯－丙酮－甲酸－水(20∶2∶1.5∶2，V/V/V/V)为展开剂，喷以10%三氯化铝溶液显色，斑点清晰，专属性较好。

枸杞子：2020年版《中国药典(一部)》中枸杞子的

表2 加样回收试验结果($n=6$)

Tab. 2 Results of the recovery test($n=6$)

样品含量(mg)		加入量(mg)		测得量(mg)		回收率(%)		$\overline{X}$(%)		RSD(%)	
金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸
0.460 0	0.177 3	0.550 0	0.180 0	0.999 7	0.361 2	98.13	102.17	98.30	101.19	2.07	1.38
0.459 8	0.179 4	0.550 0	0.180 0	0.987 2	0.357 8	95.89	99.11				
0.460 0	0.180 4	0.550 0	0.180 0	1.018 1	0.364 0	101.47	102.00				
0.459 9	0.177 6	0.550 0	0.180 0	0.989 9	0.362 7	96.36	102.83				
0.460 0	0.179 1	0.550 0	0.180 0	1.005 7	0.360 6	99.22	100.83				
0.460 1	0.180 2	0.550 0	0.180 0	1.003 0	0.360 6	98.71	100.22				

表3 3批样品中金丝桃苷和阿魏酸含量测定结果($n=3$)

Tab. 3 Results of content determination of hyperoside and ferulic acid in the three batches of samples($n=3$)

批号	含量(mg/g)		$\overline{X}$(mg/g)		RSD(%)	
	金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸	金丝桃苷	阿魏酸
20191101	0.220 2	0.088 6				
20191102	0.226 8	0.089 7	0.223 1	0.089 5	1.51	0.91
20191103	0.222 3	0.090 2				

色谱条件为乙酸乙酯－三氯甲烷－甲酸(3∶2∶1,$V/V/V$),实际上斑点比移值过高,降低甲酸比例后也未能改善。故选择乙酸乙酯－三氯甲烷(3∶2,V/V)为展开剂,斑点清晰,专属性良好,比移值适中。

生地黄:分别采用加热回流、甲醇超声后乙酸乙酯萃取和水提取后乙酸乙酯萃取3种方法提取生地黄,结果水提取后再用乙酸乙酯萃取所得色谱图斑点清晰、分离效果良好,且阴性对照无干扰。2020年版《中国药典(一部)》中生地黄鉴别以梓醇为指标性成分,但采用不同提取方法和展开系统均未能检出梓醇。查阅文献[4－8],发现在加工炮制过程中,生地黄中梓醇的含量会大幅度下降,甚至无法测定,较难鉴别。故选择生地黄药材作为对照。

当归:曾考察碳酸氢钠超声后稀盐酸调节pH,再用乙醚萃取,以及单用甲醇超声处理,结果所得色谱图峰形相近[9]。故选择甲醇超声处理15 min制备供试品溶液。

茯苓:曾考察甲苯－乙酸乙酯－甲酸、石油醚(60～90 ℃)－甲酸乙酯－甲酸2种展开系统,结果前者展开效果更佳,斑点较清晰;曾考察不同显色方法[在紫外光灯(365 nm)下检视、用10%硫酸乙醇],结果在365 nm波长下检视阴性对照有干扰。故选择甲苯－乙酸乙酯－甲酸(5∶1∶0.1,$V/V/V$)为展开剂,10%硫酸乙醇溶液显色,特征斑点较清晰,且阴性对照无干扰。

3.2 含量测定流动相、提取方法选择

金丝桃苷:2020年版《中国药典(一部)》中菟丝子的指标性成分金丝桃苷色谱条件为乙腈－0.1%磷酸溶液(17∶83,V/V),所得色谱图基线平稳,但峰形不理想,各组分分离效果不佳。反复筛选条件,考察不同配比流动相(20∶80,21∶79,V/V),最终确定流动相为乙腈－0.1%磷酸溶液(22∶78,V/V),色谱图峰形较好,且各组分分离效果较佳,保留时间适宜,方法专属性强。

阿魏酸:2020年版《中国药典(一部)》中当归指标性成分阿魏酸色谱条件为乙腈－0.085%磷酸溶液(17∶83,V/V),所得色谱峰拖尾严重,分离度不好。曾考察甲醇－水、甲醇－1%醋酸溶液(40∶60,V/V)等流动相体系,结果甲醇－1%醋酸溶液(25∶75,V/V)作为流动相时峰形较好,分离效果较佳,保留时间适宜[10－11]。同时,以超声、回流、超声后萃取等方法提取阿魏酸,发现以超声处理30 min时各色谱峰分离更佳,峰形较好。

参考文献

[1] 陆方方,房梁柱,何琪璋. 中药外搽内服治疗脂溢性脱发60例临床观察[J]. 浙江中医杂志,2021,56(9):650.
[2] 王青华,王利敏,秦宇芬. 中药治疗脂溢性脱发的系统性评价分析[J]. 浙江中医杂志,2021,56(2):152－153.
[3] 刘 芳,杜郁华,陈 雁. 脂溢性脱发的中医药特色治疗研究进展[J]. 健康教育与健康促进,2020,15(6):645－647.
[4] 张 涛,马园园,王小英,等. 清热解毒软胶囊地黄、麦冬薄层色谱鉴别[J]. 亚太传统医药,2014,10(18):12－13.
[5] 高 颖. 乳没八味接骨丸的制备工艺及质量标准研究[D]. 兰州:兰州大学,2017.
[6] 邢立志,暴春艳. 地黄加工过程中梓醇含量稳定性分析[J]. 中国民族民间医药,2009,18(4):4.
[7] 杨洪枫,李爱峰,张永清. 地黄中梓醇的研究进展[J]. 亚太传统医药,2012,8(5):209－211.
[8] 初兰娜,卢家炯,马 森,等. 地黄中梓醇含量的研究进展[J]. 广西轻工业,2009,25(4):26－27.
[9] 李 媛,朱建勇,顾伟鹰,等. 瓜蒌当归降脂颗粒质量标准研究[J]. 中国药业,2021,30(6):50－54.
[10] 段 鑫,吴雪梅,吴永超,等. 川芎牙膏的研制及其质量标准建立[J]. 日用化学品科学,2021,44(2):16－20.
[11] 李德林,任路路,韩 双. 复方独活益肾合剂质量标准提升研究[J]. 中国药业,2021,30(9):49－52.

(收稿日期:2021－08－16;修回日期:2021－11－17)