

# 感冒舒颗粒的质量控制

## Quality control of Ganmaoshu granule

高广涛

(漯河市郾城区人民医院, 河南 漯河, 462300)

**中图分类号:** R254.9 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-7860 (2011) 16-0049-02

**【摘要】** 目的: 研究感冒舒颗粒的质量控制。方法: 采用薄层色谱 (TLC) 对连翘、荆芥、防风进行定性, 高液相色谱对感冒舒颗粒中的连翘苷进行了含量的测定。结果: 感冒舒颗粒性质稳定, 质量可控, 效果明显。结论: 本方法简便、准确、灵敏、重复性好, 可用于本品的质量控制。

**【关键词】** 感冒舒颗粒; 薄层色谱; 高效液相色谱; 质量控制

**【Abstract】** Objective: To study the quality control of Ganmaoshu granule. Methods: Applying thin-layer chromatography (TLC) on forsythia, Nepeta, wind to qualitative, high-performance liquid chromatography had a content determination for forsythia of Ganmaoshu granule. Results: Ganmaoshu granule have nature stable, controllable quality and obvious effect. Conclusion: This method was simple, accurate, sensitive and repeatability well, which used the quality control of this product.

**【Keywords】** Ganmaoshu granule; TLC; High-performance liquid chromatography; Quality control

感冒舒颗粒主要成分大青叶、连翘、荆芥、防风、薄荷、牛蒡子、桔梗、白芷、甘草等, 具有疏风清热, 发表宣肺。主要用于风热感冒, 头痛体困, 发热恶寒, 鼻塞流涕, 咳嗽咽痛。05 版中国药典采用高效液相色谱法对牛蒡子中牛蒡苷进行了测定<sup>[1]</sup>。为有效控制感冒舒颗粒的质量, 快速鉴别药材的真伪, 本试验采用薄层色谱 (TLC) 法对方中的连翘、荆芥、防风进行定性鉴别, 用高效液相色谱 (HPLC) 法测定颗粒中连翘苷的含量, 为感冒舒颗粒的质量控制提供依据。

### 1 材料

Agilent1100 高效液相色谱仪、G2170AA 色谱工作站 (美国安捷伦公司)、感冒舒颗粒 (云南雄业制药有限公司, 批号: 20090306; 20090108; 20090603)、连翘苷、胡薄荷酮对照品 (中国药品生物制品检定所, 批号 0142-200910、10934-200901、0812-200906), 其他试剂均为分析纯。

### 2 薄层鉴别

#### 2.1 连翘

取本品 10g, 研细, 加 75% 甲醇 100ml, 超声波辅助溶解, 离心, 取上清液, 所得溶液置中性氧化铝柱, 70% 乙醇洗脱, 洗脱液浓缩, 水浴蒸干, 残渣加甲醇 1ml 溶解, 作为供试品溶液。称取标准品 1g, 加甲醇 5ml 甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶, 甲醇补充相应的刻度, 即得标准品溶液。另取连翘对照药材 1g, 加 75% 甲醇 100ml, 超声辅助提取 1h, 滤过, 滤液置水浴上蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为对照药材溶液。毛细管吸取上述 3 种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 H 薄层板上, 乙酸乙酯-甲醇 (5:1) 作为展开剂, 取出, 晾干, 喷以醋酐-硫酸 (20:1) 溶液, 分别在 365nm 紫外灯下观察。结果显示供试品、标准品与对照药材色谱相应的位置上, 显示相同颜色的斑点。

#### 2.2 荆芥

取本品粗粉 10g, 研细, 加石油醚 (60~90 $^{\circ}$ C) 100ml, 索氏提取法, 提取 2h, 提取 3 次, 合并提取液, 滤液挥至约 2ml,

作为供试品溶液。另取荆芥对照药材 1g 研细, 加甲醇 50ml 超声辅助提取 1h, 滤过, 滤液石油醚萃取, 萃取液挥至约 2ml 作为对照药材溶液。取胡薄荷酮对照品 0.5g, 石油醚溶解。毛细管吸取上述 3 种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 H 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲苯 (15:3) 展层, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛的 5% 硫酸乙醇溶液, 置紫外光灯下检视。供试品、对照药材与标准品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

#### 2.3 防风

取本品粗粉 10g, 研细, 加甲醇 100ml, 超声辅助提取 1h, 提取 3 次, 合并提取液, 水浴蒸干, 加甲醇 5ml 溶解, 既得供试品溶液; 另取防风干燥对照药材 1g, 研细, 加甲醇 50ml 超声辅助提取 1h, 提取 3 次, 合并提取液, 水浴蒸干, 加 5ml 甲醇溶解, 既得对照品溶液; 另取不含防风的阴性样品 1g, 按照上述方法制成阴性对照溶液。毛细管吸取上述 3 种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 H 薄层板上, 以三氯乙酸-甲苯 (15:3) 展层, 取出, 晾干, 喷以 5% 硫酸乙醇溶液, 置紫外光灯下检视。供试品、对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰。

### 3 连翘苷含量测定

#### 3.1 对照品和供试品溶液的制备

取本品 1g, 研细, 加 75% 甲醇 50ml, 按照上述方法提取纯化, 并转移至 100ml 量瓶中, 甲醇补充至相应刻度, 既得供试品溶液。称取标准品约 1g, 加甲醇 5ml 甲醇溶解转移至 10ml 量瓶, 甲醇补充相应的刻度, 即得标准品溶液。

#### 3.2 阴性对照

取不含连翘样品 1g, 研细, 加 75% 甲醇 50ml, 按照上述方法提取纯化, 并转移至 100ml 量瓶中, 甲醇补充至相应刻度, 既得供试品溶液。

#### 3.3 色谱条件

色谱柱: Agilent C<sub>18</sub> 柱 (150mm $\times$ 4.6mm, 5 $\mu$ m), 流动相: 乙腈-甲醇 (35:60); 流速 1.0ml/min, 检测波长为 228nm<sup>[2]</sup>,

柱温 30℃，进样量：10μl (图 1)。

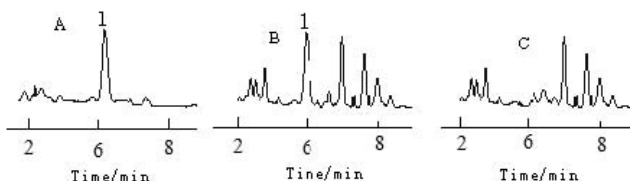


图 1 色谱图 (A-对照品; B-样品; C-阴性对照; 1-连翘苷)

### 3.4 线性范围

吸取连翘苷对照品溶液 1ml、3ml、5ml、7ml、10ml 于 25ml 量瓶中，甲醇补充至相应刻度，按照上述色谱条件测定，以峰面积 (Y) 对浓度 (X) 作线性回归，得回归方程  $Y=85634X-57831$  ( $r=0.9998$ )。连翘苷在 4μg/ml~40μg/ml 范围内呈良好的线性关系。

### 3.5 稳定性试验

精密吸取连翘苷供试品溶液 10μl，注入仪器，分别 0、2、8、12、24h 依次测定，记录峰面积，计算连翘苷 RSD 值为 1.01%，表明供试品溶液在 24h 内稳定。

### 3.6 精密度试验

精密吸取连翘苷标准品 1ml 于 10ml 量瓶，甲醇补充至相应刻度，吸取溶液 10μl 在同一色谱条件下连续进样 6 次，测得峰面积，结果 RSD 值为 1.07%，表明仪器的精密度良好。

### 3.7 重现性试验

对同一批样品 6 份，按照上述方法分别制备样品供试液，测定。结果连翘苷平均含量为 0.98mg/g，RSD 为 1.37%，重现性良好。

### 3.8 加样回收率试验

精密称取样品 0.5g (连翘苷含量 0.98mg/g)，加入标准品适量，按上述方法制备供试品溶液，每项 3 份，参照上述条件测定其含量并计算回收率，结果连翘苷的平均回收率 99.87%，RSD 为 1.26%。

### 3.9 样品测定

称取 3 份不同批号样品 (批号：20090306；20090108；20090603)，各约 1g，按照上述方法制备供试液，按外标法测定含量，测定三次，结果所测定含量分别为 (0.98、0.10、0.97) mg/g。

## 4 讨论

本研究中，采用薄层色谱对样品、对照品、对照药材和阴性对照进行比较，结果显示各薄层斑点不受样品中其它成份的干扰，专属性较强且简单易行，可为对本品进行定性鉴别。

连翘作为君药，其有效成份为连翘苷，以其作为含量测定的指标成分，能够反映感冒舒颗粒的质量，可以对感冒舒颗粒进行质量控制。

### 参考文献：

[1]国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[S].北京:化学工业出版社, 2005:645

[2]余积飞,马丽芬,何琴.维 C 银翘片中连翘苷的质量控制方法研究[J].大理学院,2008;7(10):5-7

编号：EA-11052309 (修回：2010-08-19)

# 电针配合艾灸对腰椎间盘突出症患者肌肉功能改善的研究

## Study on improving muscle function of lumbar disc herniation patients by EA plus moxibustion acupuncture

王瑞琦

(黑龙江边防总队医院, 黑龙江 哈尔滨, 150016)

中图分类号: R246 文献标识码: A 文章编号: 1674-7860 (2011) 16-0050-02 证型: ADI

**【摘要】** 目的: 评价电针配合艾灸对腰椎间盘突出症患者肌肉功能的改善状况。方法: 设置治疗组与对照组, 治疗组采用电针配合艾灸疗法, 对照组仅采用电针疗法; 治疗 2 个疗程后观察疼痛程度和评价肌肉功能参数。结果: 治疗后两组患者疼痛程度均明显减轻, 治疗组比对照组更明显 ( $P<0.05$ ); 两组表面肌电图参数 MFs, FER 均改善, 治疗组较之对照组更为明显 ( $P<0.05$ )。结论: 电针配合艾灸疗法对腰椎间盘突出症较单纯电针疗法有更好的临床疗效。

**【关键词】** 椎间盘突出; 电针; 艾灸; 疗效

**【Abstract】** Objective: Evaluate on improving the situation with muscle function of lumbar disc herniation patients by EA plus moxibustion acupuncture. Methods: Setting the treatment and control groups, former applied EA plus moxibustion acupuncture, the latter only for EA treatment; To observe parameter on evaluating the pain levels and muscle function after treating 2 courses of treatment. Results: Pain levels of two groups were significantly reduced after treatment, treatment group was significantly better than the control group ( $P<0.05$ ); Two surface EMG parameters MFs, FER were improved, treatment group was significantly more than the control group ( $P<0.05$ ). Conclusion: Treating lumbar disc herniation patients on EA plus moxibustion acupuncture had better clinical efficacy than a simple electro-acupuncture therapy.

**【Keywords】** Lumbar disc herniation; EA; Moxibustion acupuncture; Treatment effects

腰椎间盘突出症是由扭伤、劳损等使椎间盘受到挤压、牵拉和扭转导致椎间盘的纤维环部分或全部破裂, 造成髓核