



## 白及复方补脾中药的质量标准研究

赵文萃，赵庆兰，吴艳云，徐萍，王莹

### Establishment of quality standard of *Bletilla* compound spleen-tonifying Traditional Chinese Medicine

ZHAO Wencui, ZHAO Qinglan, WU Yanyun, XU Ping, WANG Ying

在线阅读 View online: <http://yxsj.smmu.edu.cn/cn/article/doi/10.12206/j.issn.2097-2024.202303040>

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 应用HPLC指纹图谱结合化学计量学对姜桂颗粒质量的评价研究

Quality evaluation of Jianggui granules by HPLC fingerprint combined with chemometrics

药学实践与服务. 2025, 43(10): 509–513 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202312040

#### 热分析法在中药中的应用进展

Progress on application of thermal analysis in traditional Chinese medicine

药学实践与服务. 2025, 43(10): 475–480, 508 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202506033

#### 毛鸡骨草药材的质量评价

Quality evaluation of *Abri Mollis* Herba

药学实践与服务. 2025, 43(5): 251–258 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202410021

#### 中药苦参的研究进展

Research progress on *Sophora Flavescens* of traditional Chinese medicine

药学实践与服务. 2025, 43(4): 156–162 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202406053

#### 血通胶囊提取工艺优化及质量控制研究

Extraction process optimization and quality control of Xuetong capsules

药学实践与服务. 2025, 43(2): 82–86, 91 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202409003

#### 一种中药组合物对ANIT诱导的小鼠胆汁淤积肝损伤的保护作用研究

The protective effect of a traditional chinese medicine composition on ANIT induced liver injury in mice with cholestasis

药学实践与服务. 2024, 42(12): 508–511, 519 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202305008



关注微信公众号，获得更多资讯信息

## ·论著·

## 白及复方补脾中药的质量标准研究

赵文萃<sup>1</sup>, 赵庆兰<sup>2</sup>, 吴艳云<sup>1</sup>, 徐萍<sup>2</sup>, 王莹<sup>3</sup>(1. 联勤保障部队第九六四医院, 吉林长春, 130000; 2. 长春中医药大学附属第四临床医院(长春市人民医院), 吉林长春, 130051; 3. 长春市口腔医院, 吉林长春, 130000)

**[摘要]** 目的 建立白及复方补脾中药的质量控制方法。方法 以高效液相色谱(HPLC)法测定没食子酸的含量, 采用薄层色谱(TLC)法鉴别本方剂中白术、党参和白头翁含量。结果 鉴别和含量测定方法均有较好的专属性。没食子酸的浓度在 3.6~179.8 μg/ml 之间, 呈现出良好的线性关系( $r=0.999\ 9$ ), 平均加样回收率为 101.12%(RSD=0.98%)。结论 TLC 法鉴别联合 HPLC 法含量测定, 可用于白及复方补脾中药的质量控制。

**[关键词]** 白及; 质量标准; 没食子酸; 薄层色谱; 高效液相色谱

**[文章编号]** 2097-2024(2025)11-0564-03

**[DOI]** [10.12206/j.issn.2097-2024.202303040](https://doi.org/10.12206/j.issn.2097-2024.202303040)

## Establishment of quality standard of *Bletilla* compound spleen-tonifying Traditional Chinese Medicine

ZHAO Wencui<sup>1</sup>, ZHAO Qinglan<sup>2</sup>, WU Yanyun<sup>1</sup>, XU Ping<sup>2</sup>, WANG Ying<sup>3</sup>(1. The 964th Hospital of the Joint Logistics Support Force, Changchun 130000, China; 2. The 4th Affiliated Hospital of CCUCM (Changchun People's Hospital), Changchun 130051, China; 3. Changchun Oral Hospital, Changchun 130000, China)

**[Abstract]** **Objective** To establish a quality control method for *Bletilla* compound spleen-tonifying Traditional Chinese Medicine(TCM). **Methods** The content of gallic acid was determined by HPLC. *Atractylodes macrocephala* Koidz, *Codonopsis pilosula* Nannf and *Pulsatillae Radix* were identified by TLC. **Results** The identification and determination methods showed good specificity. Gallic acid displayed good linearity within the range of 3.6-179.8 μg/ml ( $r=0.999\ 9$ ). The average recovery was 101.12% (RSD 0.98%). **Conclusion** The TLC and HPLC could be used as quality control method for *Bletilla* compound spleen-tonifying TCM.

**[Key words]** *Bletilla*; quality standard; gallic acid; TLC; HPLC

溃疡性结肠炎(UC)是常见的肠道疾病, 其典型的表现包括持续性的疼痛、肠蠕动减弱、黏液脓血便等。近年来, 由于人们的日常生活习惯及营养摄入的改变, 溃疡性结肠炎的患者数量不断上升, 可能导致恶性肿瘤的出现。目前糖皮质激素、氨基水杨酸以及免疫抑制剂等是治疗 UC 的常见药物, 这些药物能缓解症状, 但是不能完全治愈疾病, 并且会带来一些严重的副作用<sup>[1,2]</sup>。因此, 需要探索更加安全、高效的治疗手段, 采取中医药治疗已成为一种有效的选择。

复方补脾中药主要有党参、白术、白头翁、地榆、白及等八味中药材, 该方在中国人民解放军联

勤保障部队第九六四医院经多年实践经验总结并拟定治疗溃疡性结肠炎的处方。其中, 地榆的主要成分为没食子酸, 临幊上常用于止血、止泻、驱虫, 同时, 没食子酸还具有抗癌、抗菌、抗病毒、抗氧化等作用<sup>[3-5]</sup>。本文对白及复方补脾中药中的党参、白术、白头翁三味药材进行薄层鉴别; 对地榆中的没食子酸进行含量测定, 为临幊用药提供质量保证, 为进一步的研究提供重要的前期基础。

### 1 仪器与试药

LC-15C 高效液相色谱仪(日本岛津公司); 紫外检测器; 白及复方补脾中药(自制, 批号: 220205、220206、220209); 没食子酸对照品(含量高于 89.9%, 产品批号: 110831-201202, 中国食品药品检定研究院); 蒲公英(批号: B22122901-01, 产地河北)、茯苓(批号: B22091301-01, 产地湖北)、地榆(批号: B22112301-1, 产地湖北)、党参(批号: B22110701-01, 产地甘肃)、白术(批号: B22091502-

**[基金项目]** 吉林省科技发展计划项目(2021020404012YY); 吉林省卫生与健康技术创新项目(2018J007)

**[作者简介]** 赵文萃, 硕士, 副主任药师, 研究方向: 药剂学, Email: [zhaowencui208@126.com](mailto:zhaowencui208@126.com)

**[通信作者]** 王莹, 博士, 主任医师, 研究方向: 肝病学, Email: [1536513845@qq.com](mailto:1536513845@qq.com)

01, 产地安徽)、白头翁(批号: B22061601-01 产地湖北)、甘草(批号: B22120801-01, 产地新疆), 以上所有饮片均由河北楚风中药饮片有限公司供应; 白及(批号: 20220224, 产地贵州), 由吉林省北药中药制药集团有限公司提供; 经本院药剂科孙国才主任中药师鉴定, 均符合《中国药典》规定; 实验中所用甲醇为色谱级, 其他试剂均是分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层鉴别

#### 2.1.1 白术

取本品 5 g(批号: 220205), 加正己烷 20 ml, 超声处理 20 min 后, 4 ℃ 过夜, 过滤, 滤液浓缩至约 3 ml, 作为供试品溶液。再以同法将白术对照药材与不含白术的其他药材制成对照药材溶液、阴性对照溶液。各吸取 20 μl 于硅胶 G 薄层板点样, 以石油醚(60~90 ℃)-甲苯-乙酸乙酯(15:2:1)为展开剂, 展开完全后取出硅胶 G 薄层板, 晾干, 10% 硫酸乙醇溶液显色, 于 90 ℃ 加热处理 5 min, 紫外灯(365 nm)下观察。供试品与白术对照药材在相应部位上, 显相同颜色的明亮斑点(白术内酯), 阴性对照无干扰。见图 1。

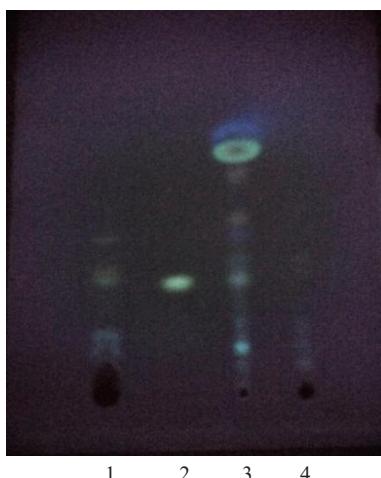


图 1 白术薄层色谱图

1.供试品; 2.白术内酯对照品; 3.白术对照药材; 4.缺白术的阴性对照

#### 2.1.2 党参

取本品 5 g(批号: 220205), 加乙醇 50 ml, 水浴煮沸 15 min, 滤过, 滤液浓缩至约 2 ml, 作为供试品溶液。再以同法将党参对照药材与不含党参的其他药材制成对照药材溶液、阴性对照溶液。各吸取 10 μl 于硅胶 G 薄层板上点样, 以氯仿-甲醇-水(14:7:1)为展开剂, 完全展开后取出薄层板, 晾干, 3% 硫酸乙醇溶液显色。供试品与党参对照药材在相应的部位上, 显相同颜色的斑点, 阴性对照

无干扰。见图 2。



图 2 党参薄层色谱图

1.缺党参的阴性对照; 2.供试品; 3.党参对照药材

#### 2.1.3 白头翁

取本品 5 g(批号: 220205), 加 70% 乙醇 50 ml, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液浓缩至约 1 ml, 作为供试品溶液。再以同法将白头翁对照药材与不含白头翁的其他药材制成对照药材溶液、阴性对照溶液。各吸取 20 μl 于硅胶 G 薄层板点样, 以氯仿-甲醇-水(7:3:1)为展开剂, 待充分展开后, 将硅胶 G 薄层板取出, 晾干, 10% 硫酸乙醇溶液在 105 ℃ 下显色。供试品与白头翁对照药材在相应的部位上, 显相同颜色的斑点, 阴性对照无干扰。见图 3。

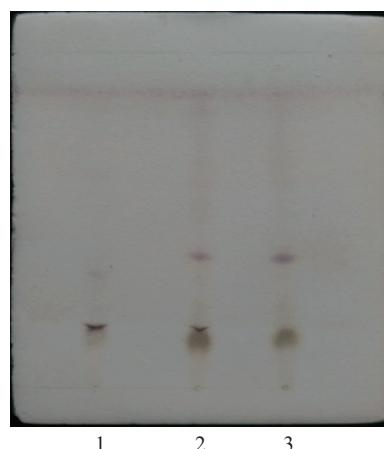


图 3 白头翁薄层色谱图

1.白头翁对照药材; 2.供试品; 3.缺白头翁的阴性对照

## 2.2 含量测定

### 2.2.1 色谱条件<sup>[6-7]</sup>

色谱柱: Agilent TC C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.05% 磷酸溶液(5:95); 检测波长: 272 nm; 流速: 1 ml/min; 柱温 30 ℃; 进样量 20 μl。

### 2.2.2 对照品溶液制备

精密称量没食子酸对照品适量置25 ml量瓶中,加入适量的水,配制每1 ml含179.8 μg的对照品溶液6,备用。

### 2.2.3 供试品溶液的制备

精密称取本品4 g,加入10%盐酸溶液50 ml,加热回流3 h,冷却后过滤置100 ml量瓶内,用适量水多次冲洗容器和剩余残渣,并将冲洗液加入量瓶内,定容,超声振荡混匀,滤过,取续滤液,即得白及复方补脾中药供试品溶液。

### 2.2.4 阴性对照溶液的制备

根据白及复方补脾中药的配方量,采用相同的工艺制备不含地榆成分的阴性对照溶液。

### 2.2.5 专属性试验

按上述色谱条件,精密吸取各20 μl的没食子酸对照品溶液、白及复方补脾供试品以及不含地榆的阴性样品溶液,注入液相色谱仪检测,结果阴性样品无相应色谱峰干扰。见图4。

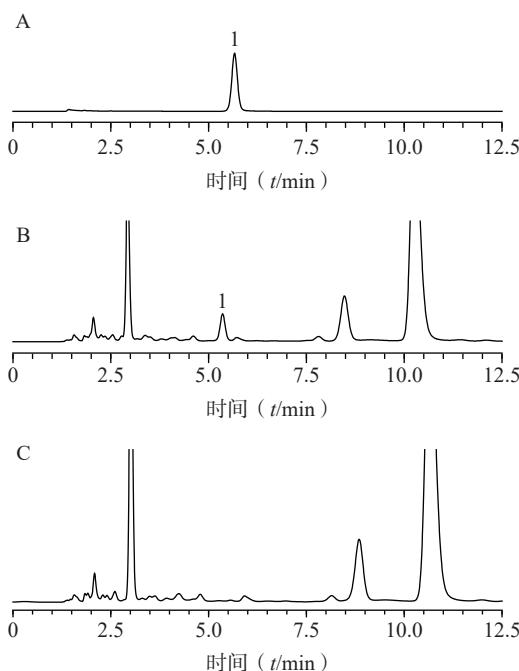


图4 白及复方补脾中药的HPLC图

A.对照品溶液图谱; B.供试品溶液图谱; C.阴性对照溶液图谱;

1.没食子酸

### 2.2.6 线性关系考察

精密吸取对照品溶液6,以水稀释成一系列浓度为3.60、8.99、17.98、35.96、89.90 μg/ml对照品溶液,作为对照品溶液1~5,按“2.2.1”项下色谱条件依次进样20 μl,以没食子酸浓度(X)为横轴,峰面积(Y)为纵轴,绘出标准曲线,回归方程为 $Y=64398X+8393.7(r=0.9999)$ ,结果表明,没食子酸在3.60~

179.8 μg/ml范围内线性关系良好。

### 2.2.7 精密度试验

取对照品溶液4,按“2.2.1”项下色谱条件,重复测定6次,计算RSD为1.46%,表明本方法精密度良好。

### 2.2.8 重复性试验

取供试品6份(批号:220205),根据“2.2.3”项下方法制备,按“2.2.1”项下色谱条件进行测定,计算RSD为1.81%,表明本方法重复性良好。

### 2.2.9 稳定性试验

取供试品溶液(批号:220209),常温放置,并在0、1、2、4、6、8 h测定。根据测定结果计算出RSD为1.75%,表明该溶液在8 h内稳定。

### 2.2.10 加样回收率试验

分别称取已知含量的样品(批号:220205)约2 g,精密称定,按照接近1:1的量加入没食子酸对照品溶液,加入到样品中,根据“2.2.3”项下方法制备样品溶液,按“2.2.1”项下色谱条件测定,计算平均回收率为101.12%,RSD为0.98%,结果见表1。

表1 加样回收率试验(n=6)

编号	样品量 (mg/g)	已知量 (m/mg)	加入量 (m/mg)	测得量 (m/mg)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	RSD (%)
1	2.0211	2.274	2.210	4.532	102.18	101.12	0.98
2	2.0052	2.256	2.210	4.503	101.67		
3	2.0142	2.266	2.210	4.491	100.68		
4	2.0114	2.263	2.210	4.493	100.88		
5	2.0172	2.269	2.210	4.520	101.83		
6	2.0241	2.277	2.210	4.476	99.50		

### 2.2.11 样品含量测定

取3批样品(批号:220205, 220206, 220209),按“2.2.3”项下制备供试品溶液,进样,计算没食子酸的含量,结果见表2。

表2 样品含量测定结果(n=3)

批号	没食子酸含量(mg/g)
220205	1.11±0.03
220206	1.19±0.04
220209	1.10±0.04

### 3 讨论

参照2020年版《中国药典》中的方法,对白术进行鉴别,以石油醚-乙酸乙酯(50:1)为展开剂,5%香草醛硫酸溶液显色,结果不佳。后尝试以石油醚-甲苯-乙酸乙酯(15:2:1)为展开剂,检测结果表明,斑点的颜色明亮,阴性样品无干扰。

(下转第576页)

- 疹神经痛的疗效分析 [J]. 中华医学杂志, 2022, 102(40): 3186-3191.
- [14] 赵蕾, 杨少辉, 李毓. 草乌甲素片联合利多卡因凝胶贴膏治疗带状疱疹后神经痛的临床研究 [J]. 现代药物与临床, 2024, 39(12): 3109-3114.
- [15] 常琪, 杨帅. 普瑞巴林联合卡马西平治疗三叉神经痛的效果及对患者氧化应激反应和血清疼痛介质水平的影响 [J]. 中国实用医刊, 2025, 52(1): 92-95.
- [16] 李榕娇, 郭维龙, 孙慧冰, 等. 肠易激综合征患者肠道菌群分布和炎症因子及血清 NPY、SP、5-HT 水平的变化 [J]. 中国微生态学杂志, 2020, 32(9): 1060-1064.
- [17] 顾建新, 刘光杰. 利多卡因凝胶贴膏辅助治疗带状疱疹后遗神经痛的效果 [J]. 中国药物滥用防治杂志, 2024, 30(11):

~~~~~

(上接第 566 页)

查阅相关文献<sup>[8-9]</sup>, 在实验中通过调整磷酸浓度, 以及磷酸与甲醇的比例来确定最佳的流动相, 磷酸浓度范围为 0.05 ~ 0.1%, 经过多次色谱分析发现, 使用甲醇-0.05% 磷酸(5 : 95)作为流动相, 可有效地将没食子酸分离出来, 保留时间适中, 峰形良好, 因此选择甲醇-0.05% 磷酸(5 : 95)作为流动相。

本研究拟完成对白头翁中白头翁皂昔 B4 的含量测定和白术中苍术酮的鉴别研究, 但因在这两项试验中均发现阴性样品对研究有干扰, 方法的专属性不强, 所以改为对地榆中没食子酸的含量进行测定和对白术中白术内酯进行鉴别。

综上所述, HPLC 法与 TLC 法可用于白及复方补脾中药的质量标准控制。

## 【参考文献】

- [1] 李鹏帆, 窦丹波. 溃疡性结肠炎中医证候研究进展 [J]. 上海中

- 2077-2078,2091.
- [18] 赵馨, 高洁, 张艳丽, 等. 静脉输注利多卡因用于肛肠手术对患者疼痛介质、炎性应激反应及免疫功能的影响 [J]. 河北医药, 2020, 42(3): 416-419.
- [19] 姜媛, 陈文琦, 徐雨婷, 等. 利多卡因凝胶贴膏联合普瑞巴林治疗带状疱疹后神经痛临床疗效 [J]. 中国疼痛医学杂志, 2021, 27(12): 943-947.
- [20] 王一一, 李晓红, 刘鹏, 等. 超声引导下椎旁神经阻滞联合利多卡因凝胶贴膏治疗带状疱疹后神经痛疗效观察 [J]. 中华全科医学, 2023, 21(3): 401-404,497.

〔收稿日期〕 2025-05-14 〔修回日期〕 2025-07-22

〔本文编辑〕 李睿旻

医药大学学报, 2020, 34(2): 107-112.

- [2] 张赛龙, 凌期盛, 杨政等. 烟酰胺单核苷酸对小鼠溃疡性结肠炎的作用 [J]. 药学实践杂志, 2021, 39(01): 13-16+22.
- [3] 叶招浇, 阎澜, 李洪娇, 等. 中药地榆的药理作用及临床应用研究进展 [J]. 药学服务与研究, 2015, 15(1): 47-50.
- [4] 吴茱萸. 没食子酸对肺癌细胞增殖凋亡影响及可能机制研究 [D]. 郑州: 郑州大学, 2017.
- [5] 田衍, 舒若, 罗华友. 没食子酸对 PI3K/AKT 基因表达的影响及其对胃癌细胞的抗转移作用 [J]. 基因组学与应用生物学, 2020, 39(2): 884-889.
- [6] 陈晓文, 廖明娟. 正交试验优选地榆方中地榆的提取工艺 [J]. 湖北中医药大学学报, 2021, 23(4): 45-48.
- [7] 覃媛媛, 沈嘉华. HPLC 法测定复方大红袍止血胶囊中没食子酸的含量 [J]. 医学信息, 2021, 34(16): 98-101.
- [8] 史伟国, 王丽敏, 刘翠娟, 等. 地榆不同部位没食子酸的含量测定 [J]. 黑龙江医药科学, 2011, 34(1): 14-15.
- [9] 韩双, 席先蓉, 黄平. 贵州不同地区五倍子中没食子酸含量测定与品质评价 [J]. 中国中医药信息杂志, 2009, 16(5): 52-53.

〔收稿日期〕 2023-03-29 〔修回日期〕 2024-04-20

〔本文编辑〕 崔俐俊