

朝药炮制方法制作的黑桔梗梨膏的质量标准研究

千雪梅 朴顺爱*

延边朝鲜族自治州医学教育考试服务中心, 中国·吉林 延吉 133000

摘要: 本研究旨在建立黑桔梗梨膏的质量标准, 并对其主要有效成分桔梗皂苷 D 进行含量测定。采用高效液相色谱法 (HPLC) 对三批自制样品 (批号: HJGLG24031101-3、HJGLG24031101-5、HJGLG241028-3) 进行分析。色谱条件为 Zorbax SB C18 柱, 流动相为乙腈-0.4% 磷酸水溶液 (25:75), 检测波长 210 nm。结果显示, 桔梗皂苷 D 在三批样品中的平均含量分别为 0.0715%、0.0895% 和 0.1435%, RSD 均小于 1.25%, 表明方法精密度良好。辅料干扰实验表明, 空白辅料在桔梗皂苷 D 出峰处无干扰。本研究建立的分析方法准确、重复性好, 可用于黑桔梗梨膏的质量控制, 为该制剂的标准化和临床应用提供了科学依据。

关键词: 黑桔梗梨膏; 桔梗皂苷 D; HPLC; 质量标准

Study on quality standard of black platycodon grandiflorum pear paste made by Korean medicine processing method

Qian Xuemei, Piao Shun 'ai*

Yanbian Korean Autonomous Prefecture Medical Education Examination Service Center, China Jilin Yanji 133000

Abstract: The purpose of this study is to establish the quality standard of black platycodon grandiflorum pear paste, and to determine the content of platycodon grandiflorum saponin D, the main effective component. Three batches of self-made samples (batch numbers: HJGLG24031101-3, HJGLG24031101-5 and HJGLG241028-3) were analyzed by HPLC. The chromatographic conditions were Zorbax SB C18 column, mobile phase was acetonitrile -0.4% phosphoric acid solution (25:75), and detection wavelength was 210 nm. The results showed that the average contents of platycodin D in three batches of samples were 0.0715%, 0.0895% and 0.1435%, respectively, and the RSD was less than 1.25%, indicating that the method had good precision. The interference experiment of excipients showed that blank excipients had no interference at the peak of platycodon grandiflorum saponin D. The analytical method established in this study is accurate and reproducible, and can be used for the quality control of Heiplatycodon grandiflorum pear paste, which provides a scientific basis for the standardization and clinical application of this preparation.

Keywords: Black platycodon grandiflorum pear paste; Platycodon saponin d; HPLC; Quality standard

0 引言

黑桔梗梨膏是功能性食品, 由黑桔梗、苹果梨和荞麦糖稀等原料经煎煮浓缩制成, 在民间广泛应用。桔梗作为主要成分, 其核心活性成分桔梗皂苷 D 是《中国药典》(一部) 2020 年版^[1] 中记载的桔梗药材的指标性成分, 具有镇咳祛痰^[2]、抗肿瘤^[3]、抗氧化^[4]、抗炎^[5]、免疫调节^[6] 等作用。目前, 关于黑桔梗梨膏的质量标准研究尚属空白, 缺乏专属性强、重现性好的定量分析方法, 这极大地制约了其产业化发展和临床应用的规范性。为有效控制黑桔梗梨膏的质量, 保证其疗效的稳定性和服用的安全性, 本研究通过 HPLC 方法测定黑桔梗梨膏中桔梗皂苷 D 含量, 并对三批中试样品进行了测定, 旨在为制定该制剂科学、可

行的质量标准提供核心数据与方法学支持。

1 材料

1.1 试验药材与试剂

黑桔梗梨膏由延边朝医医院自制, 批号依次为 HJGLG241028-3、HJGLG24031101-3、HJGLG24031101-5。桔梗皂苷 D 对照品 (纯度: 97.3%), 批号为 111851-202209, 乙腈 (色谱纯)、氨水、正丁醇、甲醇等。

1.2 试验仪器

Agilent 1220 型高效液相色谱仪 (美国安捷伦公司); Secura 225D-1CN 型电子天平 (赛多利斯科学仪器有限公司); Lab-RO-20 型超纯水机 (长春莱博帕特科技发展有限公司); KQ-300DE 型数控超声清洗器 (昆山超声仪

器有限公司); BJ-150 型多功能粉碎机 (杭州拜杰科技有限公司)。

2 性状

本品为黑褐色黏稠药膏。

3 黑桔梗梨膏的制备

取黑桔梗 500 g 加水煎煮两次, 煎煮液浓缩至 250 mL。取苹果梨 5000 g, 取带果皮的果肉, 煎煮两次, 去渣, 熬煮成 250 mL 梨汁。另取荞麦糖稀 500 mL, 加黑桔梗汁, 苹果梨汁各 250 mL, 混合制成黑桔梗梨膏 1000 mL。

4 含量测定

桔梗皂苷 D 是本制剂发挥作用的主要有效成分之一, 本文采用 HPLC 法测定桔梗皂苷 D 的含量, 为黑桔梗梨膏的质量控制提供可靠的检测手段。

4.1 色谱条件与系统适应性

色谱条件: 色谱柱: Zorbax SB C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) (美国安捷伦公司), 流动相: 乙腈 (A) - 0.4% 磷酸水溶液 (B) (25 : 75), 流速: 1.0 mL/min, 检测波长: 210 nm, 柱温: 25°C, 进样量: 10 μL。在此色谱条件下, 其理论塔板数应大于 3000。色谱图见图 1。

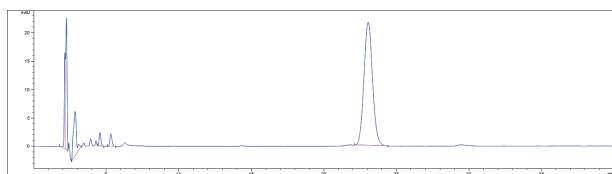


图1 桔梗皂苷D对照品HPLC色谱图

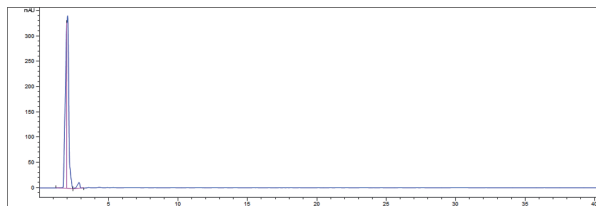


图2 空白样品HPLC色谱图

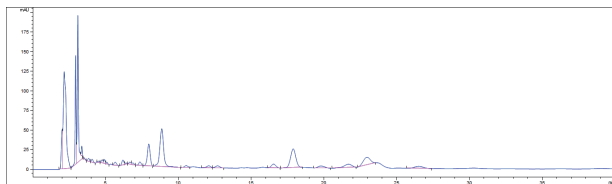


图3 供试品溶液色谱图

4.2 辅料干扰实验

按照黑桔梗梨膏处方, 配制不含黑桔梗及苹果梨提取物的混合辅料, 量取适量, 加流动相配制成每 1 mL 相当于 50 μg 桔梗提取物的空白辅料溶液, 进样 10 μL, 记录色谱图。由图可知, 辅料在主药位置处无色谱峰, 对测定无干

扰。见图 2。

4.3 溶液的制备

4.3.1 对照品溶液的制备

取桔梗皂苷 D 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的对照品溶液, 即得。

4.3.2 供试品溶液的制备

精密量取黑桔梗梨膏样品 10 mL, 加 20 mL 超纯水溶解, 取水饱和的正丁醇振荡提取 3 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇液, 用氨试液 50 mL 洗涤, 弃去氨液, 用正丁醇饱和的水 50 mL 洗涤, 弃去水液, 正丁醇液回收溶剂至干, 残渣加甲醇适量使溶解, 转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

4.3.3 阴性对照溶液的制备

按照制备黑桔梗梨膏的方法制得缺黑桔梗的阴性样品, 再按照“4.3.2”方法制备阴性对照溶液。

4.4 样品含量测定

取 3 批样品 (批号分别为 HJGLG24031101-3、HJGLG24031101-5、HJGLG241028-3), 每批 3 份, 按“4.3.2”项下供试品溶液制备方法处理, 进样, 测定。结果见图 3, 表 4。

表4 三批样品含量测定 (n=3)

批号	平均含量(%)	RSD%
HJGLG24031101-3	0.0715	0.75
HJGLG241028-3	0.0895	0.89
HJGLG24031101-5	0.1435	1.25

5 结语

色谱行为与系统适应性: 在选定的色谱条件下, 桔梗皂苷 D 色谱峰形对称, 与相邻杂质峰分离度良好, 理论塔板数均高于 3000, 满足定量分析要求。空白辅料溶液在桔梗皂苷 D 相应保留时间处无色谱峰出现, 表明辅料对测定无干扰 (图 2)。

含量测定结果: 对三批中试样品进行测定, 结果 (表 4) 表明, 不同批次间桔梗皂苷 D 的含量存在一定差异, 平均含量分别为 0.0715% (批号 HJGLG24031101-3)、0.0895% (批号 HJGLG241028-3) 和 0.1435% (批号 HJGLG24031101-5)。三批样品测定结果的相对标准偏差 (RSD) 均小于 1.25% (n=3), 显示出良好的批内精密密度, 表明所建立的含量测定方法重复性良好。

方法学验证: 该方法在专属性、精密度等方面均符合分析要求, 辅料无干扰, 系统适用性良好, 适用于黑桔梗梨膏的质量控制。

本研究成功建立了基于 HPLC 法的黑桔梗梨膏中桔梗皂苷 D 的含量测定方法。该方法样品前处理步骤合理, 通过水饱和正丁醇萃取并结合氨试液洗涤, 有效富集了皂苷类成分并去除了部分极性干扰物质, 色谱图中目标峰分离效果理想。含量测定结果显示, 三批自制样品的桔梗皂苷 D 含量存在差异, 分析其原因可能与原料黑桔梗的产地、采收期、贮藏条件以及提取工艺参数(如煎煮时间、温度)的细微波动有关。这提示在今后的工业化生产中, 必须严格控制原料质量并进一步优化和标准化制备工艺, 以确保最终产品质量的均一性和稳定性。

本研究建立的 HPLC 方法专属性强、精密度高, 为黑桔梗梨膏的质量标准制定提供了核心的定量依据。然而, 中药复方制剂具有多成分、多靶点的特点, 仅以单一成分作为质控指标仍显不足。未来研究可在此基础上, 增加苹果梨特征性指标成分(如熊果酸等)的含量测定, 或尝试使用现金技术液质联用、二维色谱分离、离子淌度质谱和解吸电喷雾电离质谱成像等进行分析^[7], 从而更全面、科学地评价黑桔梗梨膏的整体质量。

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: 中国医药科技出版社, 2020:289.

[2] 钟渊涵, 王玲珑, 邱自超等. 基于代谢组学的去芹糖桔梗皂苷 D 镇咳祛痰机制研究[J]. 药学学报, 2022,57(10):3186-3194.

[3] 郭园园, 张浩然, 卓士铉等. 基于网络药理学及体外实验探讨桔梗皂苷 D 对肝癌细胞迁移侵袭的影响及相关机制[J]. 医学信息, 2021,34(23):1-8.

[4] 许瑞如, 张秀玲, 李晨等. 微波提取桔梗根多酚工艺优化及抗氧化特性研究[J]. 食品与发酵工业, 2020,46(4):187-196.

[5] WANG C,SCHULLER LEVIS G B,LEE E B,et al. Platycodin D and D3 isolated from the root of Platycodon grandiflorum modulate the production of nitric oxide and secretion of TNF-alpha in activated RAW264.7cells[J].Int Immunopharmacol,2004,4(8):1039-1049.

[6] 熊芳敏, 吴丽. 肉鸡日粮中添加桔梗对鸡生长及免疫的影响[J]. 中国畜禽种业, 2022,18(2):52-54.

[7] 潘丽, 王峥涛, 杨莉. 中药质量标准研究的关键科学问题与相关前沿分析技术应用展望[J]. 上海中医药杂志, 2020,54(1):14-20.

基金项目: 吉林省延边州科技攻关计划项目(2023NS34)。

作者简介: 千雪梅(1990-), 女, 朝鲜族, 吉林延边, 延边朝鲜族自治州医学教育考试服务中心, 主治医师, 研究方向: 朝医理论与临床应用研究。

朴顺爱(1973-), 女, 朝鲜族, 吉林延边, 延边朝鲜族自治州医学教育考试服务中心, 主任医师, 研究方向: 药食同源原料的创新应用与开发。