

GC 同时测定红花逍遥片中 6 种挥发性成分含量

黄华¹, 江明¹, 胡卫南¹, 柴鑫莉^{1*}, 邵良碧², 徐红燕²(1.衢州市食品药品检验研究院, 浙江 衢州 324000; 2.浙江康德药业股份有限公司, 浙江 衢州 324000)

摘要: 目的 建立同时测定红花逍遥片中薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、正丁烯基苯胺、苍术酮、蒙本内酯 6 种含量的测定方法。方法 采用 HP-5(30 m×250 μm, 0.25 μm)色谱柱, 柱温箱程序升温; 进样口温度 250 ℃; 检测器温度为 280 ℃, 分流进样, 分流比 10:1。结果 6 种成分完全分离, 并与其他成分均能达到良好分离; 薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、正丁烯基苯胺、苍术酮、蒙本内酯质量浓度分别在 1.37~87.38, 13.67~874.55, 2.05~65.49, 3.35~107.20, 3.49~111.60, 6.95~444.60 μg·mL⁻¹ 内与峰面积呈良好的线性关系($r \geq 0.999 0$); 平均回收率($n=6$)分别为 97.63%, 94.25%, 97.54%, 103.81%, 94.30%, 98.97%; RSD 分别为 3.27%, 1.80%, 2.39%, 1.75%, 2.32%, 2.36%, 并测定其在 39 批次红花逍遥片中的含量。结论 该方法操作简便, 准确可靠, 重复性好, 可用于红花逍遥片质量控制。**关键词:** 红花逍遥片; 气相色谱; 薄荷酮; 薄荷脑; 2-甲氧基-4-乙烯基苯酚; 正丁烯基苯胺; 苍术酮; 蒙本内酯; 含量测定

中图分类号: R917.101 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2023)23-3245-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.20230329

引用本文: 黄华, 江明, 胡卫南, 等. GC 同时测定红花逍遥片中 6 种挥发性成分含量[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(23): 3245-3250.

Simultaneous Determination of Six Volatile Components in Honghua Xiaoyao Tablets by GC

HUANG Hua¹, JIANG Ming¹, HU Weinan¹, CHAI Xinli^{1*}, SHAO Liangbi², XU Hongyan²(1. Quzhou Institute for Food and Drug Control, Quzhou 324000, China; 2. Zhejiang Kangde Pharmaceutical Group Co., Ltd., Quzhou 324000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To develop a method for simultaneous content determination of menthone, menthol, 2-methoxy-4-vinylphenol, 3-butenyl phthalide, atractylone, ligustilide in Honghua Xiaoyao tablets. **METHODS** The quantitative analysis was carried out on a capillary of HP-5(30 m×250 μm, 0.25 μm) column combined with an oven temperature program; inlet port temperature 250 ℃; detector temperature 280 ℃, split sampling at a split ratio 10:1. **RESULTS** The 6 components were completely separated and could be well separated from other components; menthone, menthol, 2-methoxy-4-vinylphenol, 3-butenyl phthalide, atractylone, ligustilide showed a good linear relationship with the chromatographic peak area within the range of 1.37–87.38, 13.67–874.55, 2.05–65.49, 3.35–107.20, 3.49–111.60, 6.95–444.60 μg·mL⁻¹ ($r \geq 0.999 0$). The average recovery was 97.63%(RSD=3.27%), 94.25%(RSD=1.80%), 97.54%(RSD=2.39%), 103.81%(RSD=1.75%), 94.30%(RSD=2.32%), 98.97%(RSD=2.36%)($n=6$), respectively. And its content in 39 batches of Honghua Xiaoyao tablets were determined. **CONCLUSION** This method is easy to operate, accurate, reliable, and has good repeatability, can be used to supplement the insufficient quality control of Honghua Xiaoyao tablets.

KEYWORDS: Honghua Xiaoyao tablets; GC; menthone; menthol; 2-methoxy-4-vinylphenol; 3-butenyl phthalide; atractylone; ligustilide; content determination

红花逍遥片是在宋代《太平惠民和剂局方》的中医经典名方“逍遥散”基础上加减改进而成^[1], 由当归、白芍、白术、茯苓、红花、皂角刺、竹叶柴胡、薄荷、甘草 9 味药材组成, 其中竹叶柴胡为“君药”, 其余为“臣使药”。具有舒肝、理气、活血的功效, 用于肝气不舒, 胸胁胀痛, 头晕目眩, 食欲减退, 月经不调, 乳房胀痛或伴见颜面黄褐斑^[2-5]。目前中国药典 2020 年版还未收录红花

逍遥片的质量标准, 现行各企业质量标准中, 对当归、甘草等 7 味药进行薄层鉴别, 芍药苷含量测定, 控制项目多为定性鉴别, 定量项目仅 1 项, 在项目设置上存在缺陷, 无法有效控制产品质量。

现有对红花逍遥片成分研究多用液相色谱法、指纹图谱法, 主要研究对象为水溶性、醇溶性成分^[6-8], 对挥发性成分研究几乎没有。但是研究红花逍遥片工艺, 薄荷、白术、当归需要先提

基金项目: 浙江省药品监管科技计划项目(2023022)

作者简介: 黄华, 女, 主任药师 E-mail: 43719437@qq.com

*通信作者: 柴鑫莉, 女, 硕士, 高级工程师 E-mail: 13732902@qq.com

取挥发油,然后所有药材煎煮提取,滤液浓缩,制粒,加入挥发油后压制成片。薄荷、白术、当归挥发性成分有显著的药理作用^[9],其中薄荷中的薄荷酮、薄荷脑具有抗炎、抗菌、利胆保肝等药理作用^[10-11],白术中的苍术酮具有抗肿瘤、抗抑郁作用^[12-15],当归中的2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、正丁烯基苯胺、藁本内酯具有调经止痛、抗抑郁、增强免疫等作用^[16-17]。为更好地控制红花逍遥片质量,确保该制剂疗效稳定,本研究建立红花逍遥片中薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、正丁烯基苯胺、苍术酮、藁本内酯6种成分的GC含量测定方法。

1 仪器和试剂

Agilent 7890B 气相色谱仪(美国 Agilent 公司);Mettler Toledo XPE56/XS205 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司);THERMO SCIENTIFIC ST8 离心机(赛默飞世尔科技公司)。

对照品薄荷酮(批号:111705-201105;纯度:99.8%)、薄荷脑(批号:110728-201407;纯度:99.8%)、正丁烯基苯胺(批号:101413-201601;纯度:100%)、藁本内酯(批号:111737-201910;纯度:100%)均购自中国食品药品检验研究院;2-甲氧基-4-乙烯基苯酚(上海安谱实验科技股份有限公司,批号:0302-RC-0040;纯度:99.6%);苍术酮(成都格利普生物科技有限公司,批号:21030505;纯度:98.03%);正己烷为色谱纯。

39批红花逍遥片为2021年浙江省药品质量风险考核品种质量分析抽验抽取的吉林吉春制药有限公司(厂家A)16批次,江西普正制药有限公司(厂家B)10批,浙江康德药业集团有限公司(厂家C)13批。

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 混合对照品储备液的制备 精密称取薄荷酮 8.755 mg,薄荷脑 29.21 mg,2-甲氧基-4-乙烯基苯酚 6.075 mg,正丁烯基苯胺 11.16 mg,苍术酮 10.82 mg,藁本内酯 44.46 mg 分别置于 10 mL 量瓶中,用正己烷溶解后稀释至刻度,作为混合对照品储备液。

2.1.2 供试品溶液的制备 取红花逍遥片适量,研细,混匀,精密称取(约 2 g),置于具塞离心管中,加水 5 mL,超声 2 min 使其溶解,加正己烷 2 mL 混匀,超声提取 15 min,8 586 ×g 离心 5 min,分取正己烷;水层加正己烷 2 mL,超声提取

15 min,8 586 ×g 离心 5 min,分取正己烷;水层再加正己烷 1 mL,超声提取 15 min,8 586 ×g 离心 5 min,合并正己烷液置 5 mL 量瓶中,用正己烷定容,得供试品溶液。

2.1.3 阴性样品溶液制备 按红花逍遥片制剂工艺,制备不含当归、白术、薄荷的红花逍遥片作为阴性样品,按“2.1.2”项下方法制备成阴性样品溶液。

2.2 色谱条件

色谱柱:Agilent HP-5(30 m×0.25 mm, 0.25 μm);柱温条件:起始温度为 50 °C,保持 1 min,以 20 °C·min⁻¹ 的速率升温至 115 °C,保持 5 min;以 20 °C·min⁻¹ 的速率升温至 155 °C,保持 0 min;以 1 °C·min⁻¹ 的速率升温至 163 °C,保持 1 min;以 30 °C·min⁻¹ 的速率升温至 210 °C,保持 1 min;以 5 °C·min⁻¹ 的速率升温至 250 °C;进样口温度 250 °C;检测器(FID)温度为 280 °C,分流比 10:1;载气为高纯氮,空气流量 350 mL·min⁻¹,氢气流量 30 mL·min⁻¹;流速 1 mL·min⁻¹,进样量 1 μL。气相色谱图见图 1。

2.3 标准曲线、检测限和定量限考察

分别取“2.1.1”项下混合对照品储备液,精密吸取适量,正己烷稀释成系列质量浓度的对照品溶液,在“2.2”项下色谱条件下进样测定。以溶液质量浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)作回归曲线;以信噪比 3:1 时对照品浓度为检测限,以信噪比为 10:1 时对照品浓度为定量限,结果见表 1,各成分在各自范围内线性关系良好。

2.4 仪器精密度试验

取“2.3”项下对照品溶液,在“2.2”项色谱条件下连续进样 6 次测定,测得峰面积值,结果薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、苍术酮、正丁烯基苯胺、藁本内酯对照品溶液峰面积 RSD 分别为 1.03%,1.31%,1.58%,1.79%,0.92%,1.70%,表明仪器精密度良好。

2.5 重复性试验

取同一批样品,按“2.1.2”项下方法平行制备 6 份供试品溶液,按“2.2”项下色谱条件进行测定,测得薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、苍术酮、正丁烯基苯胺、藁本内酯含有量 RSD 分别为 2.78%,2.70%,2.92%,4.87%,2.41%,2.23%,表明方法重复性良好。

2.6 稳定性试验

取“2.1.2”项下供试品溶液适量,在室温下

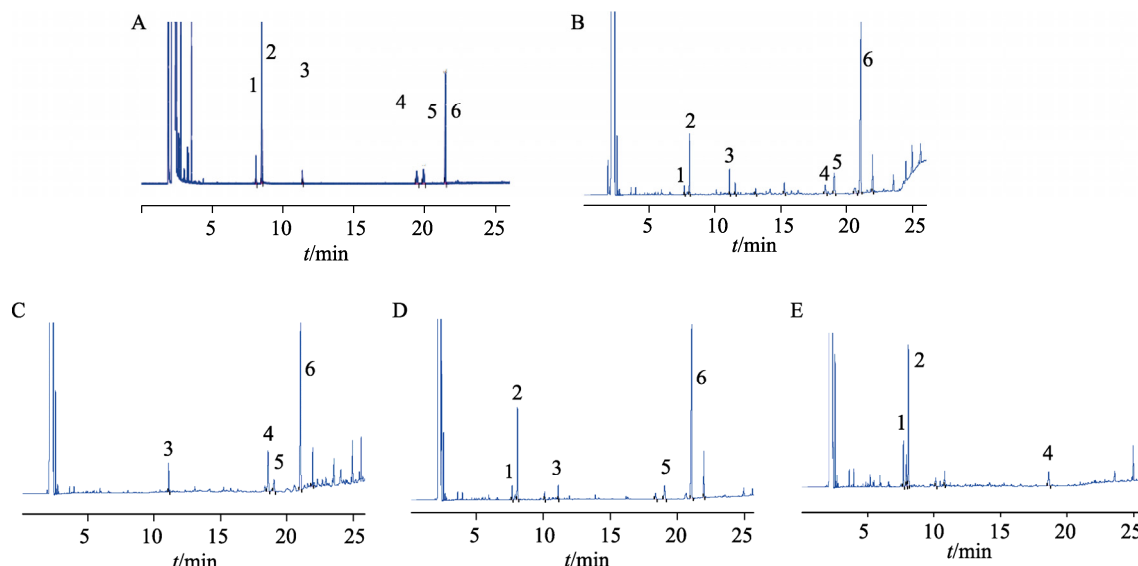


图1 气相色谱图

A-混合对照品溶液；B-红花逍遥片供试品溶液；C-薄荷阴性样品溶液；D-白术阴性样品溶液；E-当归阴性样品；1-薄荷酮；2-薄荷脑；3-2-甲氧基-4-乙烯基苯酚；4-苍术酮；5-正丁烯基苯肽；6-藁本内酯。

Fig. 1 GC chromatograms

A-mixed reference substances solution; B-sample solution of Honghua Xiaoyao tablets; C-negative solution of Menthae Haplocalycis Herba; D-negative solution of Atractylodis Macrocephalae Rhizoma; E-negative solution of Angelicae Sinensis Radix; 1-menthone; 2-menthol; 3-2-methoxy-4-vinylphenol; 4-3-butenyl phthalide; 5-atractyline; 6-ligustilide.

表1 线性范围、定量限和检测限结果

Tab. 1 Results of linear range, limit of quantitation and limit of detection

成分	回归方程	线性范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	r	检测限/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	定量限/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$
薄荷酮	$Y=2.005X-1.339$	1.37~87.38	0.999 5	0.356	1.187
薄荷脑	$Y=2.011X-22.800$	13.67~874.55	0.999 0	0.451	1.503
乙烯基苯酚	$Y=0.936X-1.245$	2.05~65.49	0.999 0	0.653	2.177
苍术酮	$Y=1.375X-0.790$	3.35~107.20	0.999 0	0.948	3.160
丁烯基苯肽	$Y=1.482X-0.713$	3.49~111.60	0.999 5	0.844	2.813
藁本内酯	$Y=1.394X-8.190$	6.95~444.60	0.999 0	0.505	1.682

放置 0, 4, 8, 12, 18, 24 h, 按“2.2”项下色谱条件进样测定, 结果薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、苍术酮、正丁烯基苯肽、藁本内酯峰面积的 RSD 分别为 1.60%, 1.29%, 1.88%, 1.42%, 0.84%, 0.73%。结果表明供试品溶液中待测组分在室温放置 24 h 内稳定。

2.7 加样回收率试验

精密称取已知含量的红花逍遥片 6 份, 每份 0.5 g, 置于具塞离心管中, 精密加入适量对照品溶液, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.2”项下色谱条件进样测定, 计算回收率和 RSD。结果, 薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、苍术酮、正丁烯基苯肽、藁本内酯平均加样回收率分别为 97.63%, 94.25%, 97.54%, 103.81%,

94.30%, 98.97%, RSD 分别为 3.27%, 1.80%, 2.39%, 1.75%, 2.32%, 2.36%。结果见表 2。

2.8 样品含量测定

取 3 个厂家 39 批不同批号红花逍遥片, 按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.2”项下色谱条件进样测定, 每个样品测定 3 次, 把测定的峰面积平均值代入“2.3”项下线性方程计算各成分含量, 结果 6 种成分测定结果差异显著, 表明不同企业之间产品质量差异明显, 结果见表 3~4。

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法选择

试验单因素考察挥发油提取法、超声溶液浸提法, 其中挥发油提取法样品用量大, 加热时间长, 温度高, 部分挥发性成分容易被破坏^[18-19], 超声溶液浸提法操作简单, 效率高, 最终选择超声溶液浸提法。采用超声溶液浸提法时, 比较了石油醚、氯仿、正己烷、乙酸乙酯等不同溶剂提取, 发现用正己烷超声浸提取挥发性成分含量较高, 成分更全面, 且分 3 次提取, 即可提取完全。

3.2 色谱柱选择

本实验考察了 HP-1、HP-5、SE-54、DB-1 等弱极性的气相色谱柱, 发现 HP-5 毛细管柱能实现薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙烯基苯酚、正丁烯基苯肽、苍术酮、藁本内酯完全分离(分离度均>

表 2 6 种成分回收率结果(n=6)

Tab. 2 Results of recovery of six components(n=6)

成分	取样量/g	样品含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%	成分	取样量/g	样品含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
薄荷酮	0.770 6	3.313 6	43.687 4	48.534 0	103.51	97.63	3.27	苍术酮	0.770 6	1.300 0	53.059 0	57.339 0	105.62	103.81	1.75
	0.762 1	3.277 0	43.687 4	44.987 0	95.47				0.762 1	1.285 7	53.059 0	55.817 0	102.77		
	0.790 8	3.400 4	43.687 4	45.486 0	96.33				0.790 8	1.334 1	53.059 0	55.520 0	102.12		
	0.784 8	3.374 6	43.687 4	44.706 0	94.61				0.784 8	1.324 0	53.059 0	55.657 0	102.40		
	0.785 4	3.377 2	43.687 4	46.443 0	98.58				0.785 4	1.325 0	53.059 0	57.834 0	106.50		
	0.790 2	3.397 9	43.687 4	45.889 0	97.26				0.790 2	1.333 1	53.059 0	56.223 0	103.45		
薄荷脑	0.770 6	4.078 8	437.273 7	426.603 0	96.63	94.25	1.80	正丁烯基苯肽	0.770 6	2.006 6	55.800 0	55.841 0	96.48	94.30	2.32
	0.762 1	4.033 8	437.273 7	409.888 0	92.81				0.762 1	1.984 5	55.800 0	53.770 0	92.81		
	0.790 8	4.185 7	437.273 7	409.622 0	92.72				0.790 8	2.059 2	55.800 0	53.476 0	92.14		
	0.784 8	4.153 9	437.273 7	409.842 0	92.78				0.784 8	2.043 6	55.800 0	53.478 0	92.18		
	0.785 4	4.157 1	437.273 7	420.705 0	95.26				0.785 4	2.045 2	55.800 0	55.230 0	95.31		
	0.790 2	4.182 5	437.273 7	420.998 0	95.32				0.790 2	2.057 7	55.800 0	56.123 0	96.89		
2-甲氧基-4-乙炔基苯酚	0.770 6	0.000 0	32.743 5	32.231 0	98.43	97.54	2.39	藁本内酯	0.770 6	24.888 1	222.300 0	250.925 0	101.68	98.97	2.36
	0.762 1	0.000 0	32.743 5	31.681 0	96.76				0.762 1	24.613 5	222.300 0	241.334 0	97.49		
	0.790 8	0.000 0	32.743 5	33.362 0	101.89				0.790 8	25.540 5	222.300 0	240.264 0	96.59		
	0.784 8	0.000 0	32.743 5	31.475 0	96.13				0.784 8	25.346 7	222.300 0	240.290 0	96.69		
	0.785 4	0.000 0	32.743 5	31.327 0	95.67				0.785 4	25.366 1	222.300 0	247.550 0	99.95		
	0.790 2	0.000 0	32.743 5	31.557 0	96.38				0.790 2	25.521 1	222.300 0	250.931 0	101.40		

表 3 样品测定结果(n=3)

Tab. 3 Test results of sample(n=3)

							$\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$						
编号	薄荷酮	薄荷脑	2-甲氧基-4-乙炔基苯酚	苍术酮	正丁烯基苯肽	藁本内酯	编号	薄荷酮	薄荷脑	2-甲氧基-4-乙炔基苯酚	苍术酮	正丁烯基苯肽	藁本内酯
1	2.1	8.4	/	/	/	45.4	21	66.8	867.0	/	/	29.8	343.8
2	/	/	/	/	5.5	56.5	22	67.2	816.0	/	/	30.2	308.2
3	/	4.9	/	/	/	20.7	23	64.7	768.4	/	/	24.6	233.0
4	/	/	/	5.7	/	11.1	24	25.4	202.8	/	/	55.0	873.4
5	3.2	5.5	/	/	/	42.8	25	58.1	752.1	/	9.6	29.0	325.4
6	2.3	23.6	/	/	/	42.8	26	52.9	819.7	2.6	10.9	31.0	264.9
7	/	/	/	/	/	17.5	27	10.4	108.8	/	48.9	72.2	481.0
8	2.5	/	/	21.7	7.8	73.0	28	6.6	76.1	/	31.0	57.8	295.2
9	2.1	/	/	20.7	7.1	70.0	29	8.3	95.2	/	24.8	75.4	446.7
10	5.4	20.9	/	/	/	30.6	30	8.3	107.4	4.9	18.1	86.2	448.2
11	3.5	16.5	/	/	/	12.9	31	4.8	53.5	/	18.7	72.6	334.9
12	4.5	20.7	/	/	13.1	71.9	32	5.3	61.7	/	30.4	55.2	392.6
13	/	/	/	7.9	/	44.4	33	2.1	22.0	/	16.3	52.3	269.6
14	4.3	5.3	4.5	/	/	32.3	34	4.4	46.4	5.7	60.7	78.5	445.1
15	4.6	5.3	/	/	/	30.3	35	4.4	46.8	/	61.2	79.0	448.4
16	4.4	/	/	10.4	3.3	21.4	36	3.4	34.3	8.1	84.8	76.3	477.7
17	43.6	692.0	/	/	24.6	240.1	37	4.6	42.7	7.2	54.7	76.9	345.1
18	49.7	643.8	/	/	22.6	252.5	38	4.3	32.9	8.1	98.0	73.8	472.5
19	35.0	660.4	/	/	20.3	198.7	39	4.0	32.6	7.6	71.5	75.2	411.3
20	47.6	711.2	/	/	24.5	245.2							

注: 1~16 为厂家 A 样品, 17~26 为厂家 B 样品, 27~39 为厂家 C 样品。

Note: 1~16 Represents samples from manufacturer A, 17~26 represents samples from manufacturer B, and 27~39 represents samples from manufacturer C.

表 4 不同厂家样品各成分测定结果范围、均值、标准差分析

Tab. 4 Analysis of range, mean value and standard deviation for various components of samples from different manufacturers

厂家	薄荷酮			薄荷脑			2-甲氧基-4-乙 基苯酚			苍术酮			正丁烯基苯肽			藁本内酯		
	范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/RSD/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ %		范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/ %	范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/ %	范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/ %	范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/RSD/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ %		范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/RSD/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ %	
A	0~5.4	2.4	80.0	0~23.6	6.9	123.6	0~4.5	0.3	/	0~21.7	4.2	178.9	0~13.1	2.3	173.7	12.9~71.9	39	52.8
B	25.4~67.2	51.1	27.2	202.8~867.0	693.3	27.0	0~2.6	0	/	0~10.9	2.1	211.3	20.3~55.0	29.2	33.5	198.7~873.4	328.5	59.9
C	2.1~10.4	5.5	42.4	22.0~108.8	58.5	50.3	0~8.1	6.9	19.2	16.3~98.0	47.6	56.5	52.3~86.2	71.6	14.1	269.6~481.0	405.3	17.7

1.5), 色谱峰峰型较好, 且理论塔板数较高, 因此最终选择 HP-5 色谱柱。

3.3 样品测定结果分析

不同厂家间样品各成分含量相差较大。由表 3 和表 4 可以看出厂家 A 样品中 6 种成分含量均较低, 远低于其他厂家, 且存在明显批间差异; 厂家 B 样品中薄荷脑含量最高, 均值为 $693.3 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, 明显高于其他厂家; 厂家 C 样品中藁本内酯、苍术酮含量最高, 均值分别为 405.3 , $47.6 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, 明显高于其他厂家。其中不同厂家间薄荷脑含量结果差异极大, 最低含量 $0 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, 最高含量 $867.0 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

出现不同企业以及同一企业不同批次样品中 6 种成分含量差异较大原因, 这可能与当归、白术、薄荷药材质量和红花逍遥片的生产工艺有关。因为同一种药材产地、来源、采收时间、加工方法等因素不同, 均会导致药材质量有较大差异; 另外, 在调研中发现不同厂家在红花逍遥片生产过程中的提取、收膏、配料、制粒、干燥、总混、压片、包装等生产工艺上有较大差别, 必会造成不同厂家各挥发性成分含量存在较大差异。因此, 建议厂家提高质量标准, 重视药材来源及质量, 进一步优化验证生产工艺, 以确保市场上红花逍遥片的产品质量。

3.4 样品储存条件

通过考察样品储存条件变化对挥发性成分的影响, 取 3 家企业的样品各 3 批, 分别在铝塑袋包装(40 ± 2) $^{\circ}\text{C}$, (75 ± 5)%恒温恒湿条件和打开铝塑袋包装(25 ± 2) $^{\circ}\text{C}$, 75%恒温恒湿条件下放置 3 个月, 测定上述挥发油成分, 结果显示: 未打开包装[(40 ± 2) $^{\circ}\text{C}$, (75 ± 5)%]的样品中 3 个厂家 2-甲氧基-4-乙基苯酚、苍术酮含量下降 90%; 薄荷酮、薄荷脑、正丁烯基苯肽、藁本内酯含量下降 20%; 开包装的样品 2-甲氧基-4-乙基苯酚下降 80%, 苍术酮、薄荷酮、薄荷脑、正丁烯基苯肽、藁本内酯较稳定。储存温度对样品挥发性成分影响大,

建议储存条件增加温度控制, 改为阴凉处储存。

临床上, 各个厂家的临床用法与用量相同, 所以选用不同厂家的产品时, 实际给药量会存在很大差异, 影响临床疗效。

GC 同时测定薄荷酮、薄荷脑、2-甲氧基-4-乙基苯酚、正丁烯基苯肽、苍术酮、藁本内酯 6 种成分含量, 该方法简便, 准确, 重复性好, 为红花逍遥片的质量控制提供依据。

REFERENCES

[1] LIU Y R, SUN M J, WANG T, et al. Clinical observation of Honghua Xiaoyao Tablets in the treatment of liver qi stagnation type chloasma[J]. Chin J Mod Drug Appl(中国现代药物应用), 2017, 11(15): 13-15.

[2] PEI S J, ZHANG Q, YANG J. Clinical observation of Honghua Xiaoyao tables in the treatment of delayed menstrual cycle of liver-depression and Qi-blood stagnation[J]. China Pharm(中国药房), 2016, 27(2): 245-247.

[3] YANG X Q, CHAI S P, TONG L C. Clinical observation of Honghua Xiaoyao Tablet in the treatment of menstrual disorder with chloasma[J]. Shanghai J Prev Med(上海预防医学), 2015, 27(3): 171-172.

[4] WANG J. 35 cases of perimenopausal syndrome treated by Honghua Xiaoyao Tablet[J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(18): 312-313.

[5] ZHU X L, YU H F, SHI Y F. Effect of Safflower Xiaoyao Tablets on sex hormone follicle stimulating hormone, estradiol, testosterone and luteinizing hormone in patients with polycystic ovary syndrome complicated with ovary abnormal infertility[J]. Chin J Health Lab Technol(中国卫生检验杂志), 2020, 30(11): 1367-1369, 1372.

[6] HU J Z, ZHANG J L, LAN X F, et al. Study on the HPLC fingerprint spectrum of Honghua Xiaoyao tablets[J]. Special Wild Econ Animal Plant Res(特产研究), 2021, 43(4): 85-89.

[7] DUAN Y Q, RAO Y, LIU S N, et al. HPLC determination of 4 indicative components in Honghua Xiaoyao Tablets[J]. Central South Pharm(中南药学), 2016, 14(4): 425-428.

[8] FU Y, LI X, YU J B. Simultaneous determination of paeoniflorin and liquiritin in Honghuayaoyao Tablets by HPLC[J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(24): 152-154.

[9] WU Y, ZHOU M G, WEN T T, et al. Optimization of

- extraction process and volatile components of Xiaoyao Tablet based on volatile oil output[J]. Res Pract Chin Med(现代中药研究与实践), 2019, 33(6): 40-45.
- [10] LV Q L, WU W, CHI S S, et al. Dynamic changes of chemical compositions in volatile oil extracted from *Menthae Haplocalycis Herba* during different harvest periods using HS/SPME-GC-MS[J]. J Beijing Univ Tradit Chin Med(北京中医药大学学报), 2017, 40(2): 155-158.
- [11] CHEN X S, LIANG J, LIN J, et al. Research progress on chemical composition and pharmacological effects of Bohe (*menthae haplocalycis herba*) and predictive analysis on Q-marker[J]. Chin Arch Tradit Chin Med(中华中医药学刊), 2021, 39(3): 213-217.
- [12] SUN K P, XIE L, QIN K M, et al. Influence of processing on volatile components of Baizhu Shaoyao San based on GC-MS technique[J]. J Nanjing Univ Tradit Chin Med(南京中医药大学学报), 2020, 36(1): 94-101.
- [13] ZHOU R B, WU J, TONG Q Z, et al. Studies on volatile oil from *Atractylodes macrocephala* with different distill methods[J]. J Chin Med Mater(中药材), 2008, 31(2): 229-232.
- [14] YAO Z M, CHEN W D, YANG Z H, et al. Research progress in *Atractylodes macrocephala* and predictive analysis on Q-marker[J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2019, 50(19): 4796-4807.
- [15] PAN H H, CHEN M J, LIU Y P, et al. Analysis of Baizhu volatile components extracted with different methods by GC-MS combining with Kovats Retention Index[J]. Pharm Clin Chin Mater Med(中药与临床), 2017, 8(4): 21-23, 29.
- [16] GONG W X, ZHOU Y Z, LI X, et al. Research progress in antidepressive active ingredients and pharmacological effects of *Angelicae Sinensis Radix*[J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2016, 47(21): 3905-3911.
- [17] LI S S, LI J, KANG S H, et al. Research progress and predictive analysis of quality markers of *Angelica* medicinal plants in China[J]. China Biotechnol(中国生物工程杂志), 2022, 42(11): 27-42.
- [18] LI D H, MA X, SONG P S, et al. Analysis of three methods for extracting volatile constituent from *DangGui* by combination of gas chromatography and mass spectrometry[J]. West J Tradit Chin Med(西部中医药), 2013, 26(8): 15-18.
- [19] WANG X M, ZHAO Z J, et al. Comparative analysis of volatile compounds in *Angelica Sinensis* by different acquisition methods with GC-MS technique[J]. J Tradit Chin Vet Med(中兽医医药杂志), 2018, 37(1): 61-65.

收稿日期: 2023-02-13

(本文责编: 陈怡心)