

祛风舒筋丸的质量控制研究

孙楠, 胡景莲

大连市食品药品检验所, 辽宁 大连 116021

摘要: 目的 提高完善祛风舒筋丸的质量标准。方法 采用薄层色谱法对方中甘草进行了薄层色谱鉴别, 采用高效液相色谱法对方中秦艽的有效成分龙胆苦苷进行了测定。结果 薄层斑点清晰, 分离度好, 阴性无干扰; 龙胆苦苷进样量在 0.103 9~1.039 0 μg 线性关系良好 ($r=0.999\ 0$), 平均加样回收率为 95.92%, RSD 为 2.50% ($n=6$)。结论 定性、定量方法简便、准确、专属性强、能有效控制祛风舒筋丸的质量。

关键词: 祛风舒筋丸; 甘草; 龙胆苦苷; 薄层色谱; 高效液相色谱

中图分类号: R917 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2013)03-0193-03

DOI: 10.7501/j.issn.1674-6376.2013.03.009

Quality standard of Qufeng Shujin Pill

SUN Nan, HU Jing-lian

Dalian Institute for Food and Drug Control, Dalian 116021, China

Abstract: **Objective** To revise and improve the quality standard of Qufeng Shujin Pill (QSP). **Methods** The quantity of glycyrrhetic acid in *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma* was identified by TLC and the determination of the gentiopicoside was conducted by HPLC. **Results** There were clear spots, good degree of separation, and no negative interference in the TLC identification. The linear range of calibration curve was 0.103 9—1.039 0 μg ($r=0.999\ 0$). The average recovery rate was 95.92% with RSD of 2.50% ($n=6$). **Conclusion** The method is accurate, sensitive, and reliable, and could be used in the quality control for QSP.

Key words: Qufeng Shujin Pill; *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma*; gentiopicoside; TLC; HPLC

祛风舒筋丸(Qufeng Shujin Pill, QSP)是由防风、甘草、秦艽、桂枝等 18 味药材组成的中药复方制剂, 具有祛风散寒、除湿活络的功效, 临床上用于风寒湿闭所致的痹病。原标准仅收载性状和鉴别项, 为进一步提高其质量标准, 更有效地控制其内在质量, 本研究新增了甘草的薄层色谱鉴别和秦艽中龙胆苦苷的含量测定, 以完善祛风舒筋丸的质量检测方法。本次修订的祛风舒筋丸标准已被 2010 年版《中国药典》收载。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 SeriesF 高效液相色谱仪; SartoriusBP211D、SartoriusLE244S 微量分析天平。

祛风舒筋丸样品及各种阴性样品分别由北京宝树堂科技药业有限公司(批号 070723、080609, 小蜜丸, 每 100 丸重 60 g)和鞍山制药有限公司(批号 080501、080502、080503, 每丸重 7 g)提供。

硅胶 G(青岛谱科分离材料有限公司, 批号 20080919)。甘草次酸(批号 110723-200612)、龙胆苦苷(批号 110770-200611)由中国食品药品检定研究院提供。乙腈、磷酸为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

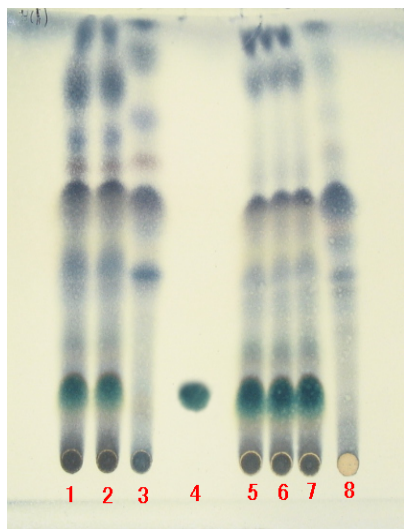
取本品 28 g, 剪碎, 加盐酸 5 mL 与二氯甲烷 50 mL, 加热回流 1 h, 放冷, 滤过。滤液蒸干, 残渣加乙醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液; 取按处方量同法制备的阴性样品(不含甘草), 制备阴性对照液; 另取甘草次酸对照品适量, 加无水乙醇制成 1 mg/mL 溶液, 作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 5 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30~60 $^{\circ}\text{C}$)-甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(10:20:7:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10%

收稿日期: 2013-02-15

基金项目:《中国药典》2010 版一部标准研究课题任务书(ZH-446)

作者简介: 孙楠(1981—), 女, 主管药师, 主要从事中药质量标准及有害物质研究。Tel: (0411)84255337 E-mail: snsyp@yahoo.com.cn

磷酸乙醇溶液, 在 105 °C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 且阴性对照无干扰, 见图 1。



1~2-供试品 (批号 070723、080609) 3、8-阴性对照 4-甘草次酸对照品 5~7-供试品 (批号 080501、080502、080503)
1—2-samples (Batch No. 070723, 080609) 3, 8-negative samples 4-reference substance of glycyrrhetic acid 5—7-samples (Batch No. 080501, 080502, 080503)

图 1 甘草的 TLC 鉴别

Fig. 1 TLC indentification of *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma*

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent TC-C₁₈ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水 (10:90), 体积流量 1.0 mL/min, 检测波长 270 nm, 进样量 10 μL。色谱图见图 2。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取龙胆苦苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 83.12 μg/mL 的对照品溶液, 摇匀, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取本品, 剪碎, 混匀, 取约 5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25 mL, 密塞, 称定质量, 加热回流 1 h, 放冷, 再称定质量, 用 50% 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.4 阴性供试品溶液的制备 取缺秦艽药材的阴性对照样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。

2.2.5 线性关系考察 取对照品溶液 (83.12 μg/mL), 分别进样 1、2、4、6、8、10 μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积。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 $Y = 30.60 + 1468.53X$, $r = 0.9990$ 。结果表明龙胆苦苷

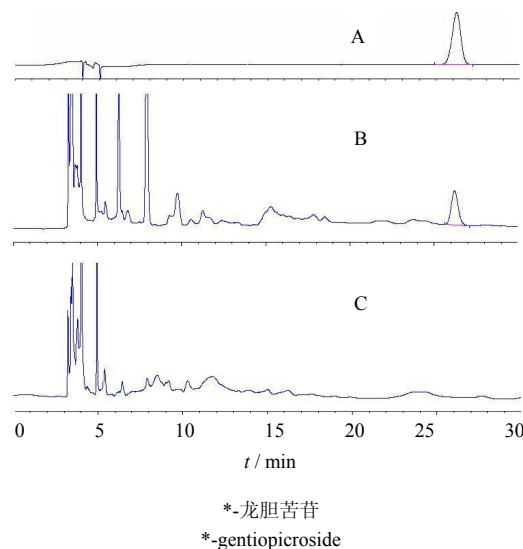


图 2 对照品溶液 (A)、祛风舒筋丸 (B) 和阴性对照 (C) 的 HPLC 色谱图

Fig. 2 HPLC chromatograms of reference solution (A), QSP (B), and negative sample (C)

进样量在 0.103 9~1.039 0 μg 线性关系良好。

2.2.6 精密度试验 取对照品溶液 (83.12 μg/mL), 按上述色谱条件连续进样 6 次, 测定龙胆苦苷的峰面积, RSD ($n=6$) 为 1.3%。

2.2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液 (批号 070723), 于制备后 0、1、2、4、6、8 h 进样测定龙胆苦苷面积, RSD ($n=6$) 为 0.3%, 表明供试品溶液在 8 h 内基本稳定。

2.2.8 重复性试验 取同一批号样品 6 份 (批号 080609), 制备供试品溶液, 依照上述色谱条件进行测定, RSD ($n=6$) 为 1.5%。

2.2.9 回收率试验 取已知含量的本品适量 (批号 070723), 剪碎, 取约 5 g, 精密称定, 共称取 6 份, 分别精密加入龙胆苦苷对照品溶液 (83.12 μg/mL) 15 mL, 再精密加入 50% 甲醇 10 mL, 制备供试品溶液, 进行测定。计算平均回收率为 95.92%, RSD 为 2.50%。

2.2.10 样品测定 取 5 个批号的样品, 按照供试品溶液制备操作, 并按上述色谱条件进行含量测定, 结果见表 1。

3 讨论

3.1 显微鉴别的修订

由于处方中苍术、青风藤、秦艽均具有草酸钙针晶显微特征, 而桂枝、制川乌、制草乌、威灵仙、海风藤、青风藤均具有石细胞显微特征, 故删除了原标准中草酸钙针晶 (苍术) 和石细胞 (桂枝) 的

表 1 祛风舒筋丸中龙胆苦苷的测定结果
Table 1 Determination of gentiopicroside in QSP

批号	龙胆苦苷/(mg·g ⁻¹)
070723	0.26
080609	0.47
080501	0.38
080502	0.37
080503	0.37

显微特征, 使各显微特征的归属更为清晰。

3.2 供试品溶液制备方法的考察

对提取溶剂(甲醇、50%甲醇)、提取方法(超声处理、加热回流)和提取时间(30、60、90 min)进行了考察, 最终确定以 50%甲醇为溶剂, 加热回流 30 min 作为提取方法^[1]。

3.3 定量限度的制定

《中国药典》2005 年版一部^[2]秦艽药材项下规定含龙胆苦苷不得少于 2.0%。本品理论上含龙胆苦苷应不少于 0.40 mg/g。本品为原粉入药, 并根据目

前市场上秦艽药材的质量情况, 转移率按质量分数理论值的 90%计算, 本品含秦艽以龙胆苦苷计, 应不得低于 0.36 mg/g。表 1 显示 5 批样品中有 1 批不符合规定, 合格率为 80%。。

3.4 耐用性考察

分别采用 3 种不同品牌色谱柱: (1) Agilent TC-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); (2) 资生堂 CAPCELL PAK C₁₈ MG II (250 mm×4.6 mm, 5 μm); (3) DIKMA Diamonsil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 对同一供试品中龙胆苦苷的含量进行了考察, 3 种色谱柱测定结果的 RSD 为 1.5%。表明本方法耐用性良好, 可作为祛风舒筋丸的质量控制方法。

参考文献

- [1] 郝保华, 孙文基, 支朝晖, 等. 超声提取-HPLC 法测定秦艽中龙胆苦苷的含量 [J]. 西北大学学报, 2004, 34(1): 81-83.
- [2] 中国药典 [S]. 一部. 2005.