

妇炎康分散片的质量标准研究

王临润¹, 张国兵¹, 倪 晟², 蔡 捷¹

(1. 浙江大学医学院附属第一医院, 浙江 杭州 310003; 2. 浙江医药发展研究有限公司, 浙江 杭州 310012)

妇炎康分散片是由妇炎康片改剂型得到, 由赤芍、土茯苓、三棱(醋炙)、川楝子(炒)、莪术(醋炙)、延胡索(醋炙)、芡实(炒)、当归、苦参、香附(醋炙)、黄柏、丹参、山药 13 味中药组成, 具有活血化瘀, 软坚散结, 清热解毒, 消炎止痛之功效, 对于慢性附件炎、盆腔炎、阴道炎、膀胱炎、慢性阑尾炎、尿路感染有较好疗效。为了更好的控制产品的内在质量, 本实验对妇炎康分散片中的延胡索、黄柏、赤芍、苦参 4 味药材进行薄层色谱鉴别, 并采用高效液相色谱法对方中君药赤芍中的活性成分芍药苷进行测定, 为该制剂建立完善的质量标准提供了依据。

1 仪器与试剂

岛津 LC—10A 液相色谱仪, 岛津 SPD—10A 紫外检测器。

芍药苷(供薄层对照和定量测定用)、延胡索乙素(供薄层色谱对照用)、苦参碱(供薄层色谱对照用)、盐酸小檗碱对照品(供薄层色谱对照用)由中国药品生物制品检定所提供, 乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

2 薄层色谱鉴别

2.1 延胡索的鉴别: 取本品和阴性样品各 5.0 g, 加入甲醇 100 mL, 超声提取 30 min, 放冷, 滤过, 水浴挥干。残渣加 60 mL 水和 60 mL 醋酸乙酯溶解, 转移至分液漏斗中, 取醋酸乙酯液层, 水浴挥干, 残渣加甲醇定容至 1 mL, 分别作为供试品溶液和阴性溶液。另取延胡索乙素对照品适量, 加甲醇配制成 0.5 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液和阴性溶液各 5 μ L、对照品溶液 1 μ L, 分别点于同一硅胶 G 板上, 在氨水饱和的环境中以正己烷-醋酸乙酯-氨水(6:4:0.2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置碘缸中 10 min, 取出, 挥干板上的碘, 置 365 nm 紫外灯下检视, 见图 1。可见供试品溶液色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 有相同颜色斑点, 而阴性样品无对照品斑点。

2.2 黄柏的鉴别: 取本品和阴性样品各 6.0 g, 加氯仿 50 mL 和浓氨 2 mL, 浸渍 1 h, 时时摇晃, 滤过,



1-延胡索乙素对照品 2-妇炎康分散片 3-阴性对照
1-corydalis B reference substance 2-Fuyan Kang Dispersed Tablets 3-negative sample

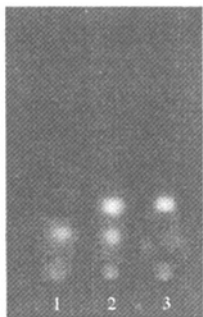
图 1 妇炎康分散片中延胡索的薄层色谱图

Fig. 1 TLC Chromatograms of *Rhizoma Corydalis* in Fuyan Kang Dispersed Tablets

水浴挥干, 残渣加乙醇 1 mL 溶解定容, 分别作为供试品溶液和阴性溶液。另取盐酸小檗碱对照品适量, 用甲醇制成 0.45 mg/mL 溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液和阴性溶液各 5 μ L、盐酸小檗碱对照品溶液 1 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 在氨水饱和的环境中以正丁醇-冰乙酸-水(7:1:2)为展开剂, 展开、取出, 晾干, 置 365 nm 紫外灯下检视, 见图 2。可见在供试品色谱中, 与盐酸小檗碱对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 而阴性样品无对照品斑点。

2.3 赤芍的鉴别: 取本品和阴性样品各 6.0 g, 加入甲醇 30 mL, 超声提取 30 min, 放冷滤过, 水浴挥干, 残渣加水 60 mL 加热溶解后转移至分液漏斗中, 冷却后用乙醚洗涤两次, 每次 30 mL, 弃去乙醚液, 水液用水饱和正丁醇萃取两次, 每次 60 mL, 合并正丁醇液, 水浴挥干, 残渣加甲醇定容至 1 mL, 分别作为供试品溶液和阴性溶液。另取芍药苷对照品适量, 加甲醇制成 1.73 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液和阴性溶液各 5 μ L、对照品溶液 2 μ L, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 下烘 10

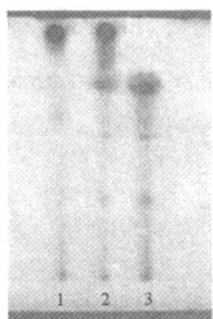
min, 在日光下观察, 见图 3。结果样品溶液色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 有相同颜色斑点, 而阴性样品无对照品斑点。



1-盐酸小檗碱对照品 2-妇炎康分散片 3- 阴性对照
1-berberine hydrochloride reference substance
2-Fuyankang Dispersed Tablets 3-negative sample

图 2 妇炎康分散片中黄柏的薄层色谱图

Fig. 2 TLC Chromatograms of Cortex Phellodendri in Fuyankang Dispersed Tablets

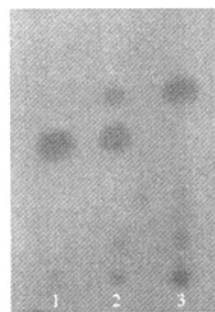


1-芍药苷对照品 2-妇炎康分散片 3- 阴性对照
1-paeoniflorin reference substance 2-Fuyankang
Dispersed Tablets 3-negative sample

图 3 妇炎康分散片中赤芍的薄层色谱图

Fig. 3 TLC Chromatograms of Radix Paeoniae Rubra in Fuyankang Dispersed Tablets

2.4 苦参的鉴别: 取本品和阴性样品各 6.0 g, 加氯仿 50 mL 和浓氨 2 mL, 浸渍 1 h, 时时摇晃, 滤过, 水浴挥干, 残渣加乙醇 1 mL 溶解定容, 分别作为供试品溶液和阴性溶液。取苦参碱对照品适量, 用乙醇制成 0.675 mg/mL 溶液, 作为苦参碱对照品溶液。吸取供试品溶液和阴性溶液各 1 μ L、对照品溶液 2 μ L, 分别点于同一硅胶 G 板上, 在氨水饱和的环境中以甲苯-丙酮-醋酸乙酯-氨水 (10:15:20:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以稀碘化铋钾试液, 在日光下检视, 见图 4。可见样品溶液色谱中, 在与苦参碱对照品色谱相应的位置上, 有相同颜色的斑点, 而阴性样品无对照品斑点。



1-苦参碱对照品 2-妇炎康分散片 3- 阴性对照
1-sophorcarpine reference substance 2-Fuyankang
Dispersed Tablets 3-negative sample

图 4 妇炎康分散片中苦参的薄层色谱图

Fig. 4 TLC Chromatograms of Radix Sophorae Flavescentis in Fuyankang Dispersed Tablets

3 芍药苷的测定

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取真空干燥至恒重的芍药苷对照品 10 mg, 置 25 mL 量瓶中, 用 75% 乙醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。精密量取 5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 加 75% 乙醇至刻度, 摇匀, 即得 (含芍药苷 40 μ g/mL)。

3.2 供试品溶液的制备: 取本品装量差异项下的内容物, 混匀, 研细 (过三号筛), 取细粉 0.5 g, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加 75% 乙醇约 20 mL, 超声提取 20 min, 取出, 放冷, 加 75% 乙醇至刻度, 摇匀, 静置, 用 0.45 μ m 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

3.3 检测波长的选择: 取芍药苷对照品适量, 用甲醇溶解, 制成溶液, 在 190~500 nm 进行了光谱扫描, 结果表明芍药苷甲醇溶液在 229 nm 左右有最大吸收, 因此选择 230 nm 作为测定的吸收波长。

3.4 色谱条件: 色谱柱: Angilent Zorbax C₁₈ 色谱柱 (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸溶液-三乙胺 (15:85:0.2); 体积流量: 1 mL/min; 检测波长为 230 nm; 柱温为室温。

3.5 阴性试验: 按照本品的处方、制法制备缺少芍药的模拟样品, 精密称取 0.5 g, 按供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。将芍药苷对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液分别注入高效液相色谱仪中, 进行测定, 得到色谱扫描图, 见图 5。可见供试品与对照品溶液在相应的位置上有相似的峰, 而阴性对照则无明显其他峰出现。

3.6 标准曲线的制备: 精密称取芍药苷对照品 9.65 mg, 置 25 mL 量瓶中, 加 75% 乙醇适量溶解并加至刻度。精密量取 1.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 加 75% 乙醇到刻度, 摇匀, 得 0.038 6 mg/mL 芍药苷

对照品溶液。分别取 1、5、10、15、18、20、25 μL 进样测定,记录峰面积。以进样质量为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程 $Y=1\,370\,020.32X-6\,718.960\,2$, $r=0.999\,9$ 。结果显示芍药苷在 $0.038\,6\sim0.772\,0\,\mu\text{g}$ 与峰面积呈良好的线性关系。

3.7 精密度试验:取 $0.038\,6\,\text{mg/mL}$ 芍药苷对照品溶液,进样 6 次,每次 $10\,\mu\text{L}$,测定峰面积,计算得其 RSD 为 1.77% 。

3.8 稳定性试验:取批号 040526 样品制备供试品溶液,放置 0、2、4、8、12 h,分别精密量取 $10\,\mu\text{L}$ 进样,测定芍药苷的峰面积,计算得其 RSD 为 1.31% ,说明供试品溶液在制备后 12 h 内稳定。

3.9 重现性试验:取批号 040526 的样品 6 份,精密称定,分别制备供试品溶液,进样测定,计算得芍药苷的平均质量分数为 $1.886\,1\,\text{mg/g}$, RSD 为 0.61% 。

3.10 加样回收试验:取批号 040526 的样品适量,共 6 份,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别准确加入 $1\,\text{mL}\,0.465\,\text{mg/mL}$ 芍药苷对照品溶液,制备供试品溶液,进样测定,计算得平均回收率为 98.86% , RSD 为 0.92% 。

3.11 样品测定:取 10 批样品,制备供试品溶液。分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 $10\,\mu\text{L}$,注入液相色谱仪,采用外标法计算芍药苷的质量分数,结果见表 1。考虑到所购药材中芍药苷的差异,

故将样品中定量限度定为本品每片以芍药苷计不得少于 $0.6\,\text{mg}$ 。

表 1 妇炎康分散片中芍药苷的测定结果
Table 1 Determination of paeoniflorin in Fuyankang Dispersed Tablets

批 次	芍药苷/($\text{mg}\cdot\text{片}^{-1}$)	批 次	芍药苷/($\text{mg}\cdot\text{片}^{-1}$)
040416	0.948 9	040512	0.990 0
040417	0.982 6	040513	0.982 5
040425	0.983 9	040526	0.961 9
040426	0.972 7	040527	0.954 2
040511	0.974 9	040528	0.975 4

4 讨论

按本品处方比例及制备工艺分别制备的不含延胡索、黄柏、赤芍、苦参的缺味样品并制成阴性对照溶液,将它们分别与相应的供试品同板进行薄层色谱试验。结果表明各阴性对照均无相应斑点,该 4 味药的鉴别方法具有专属性。

测定芍药苷时,供试品的提取方法进行了索氏提取、超声、回流 3 种提取方式比较,结果采用超声法提取得到的样品中芍药苷的量比索氏提取和回流得到的都高,提取更完全,并且方法简便,故选择超声作为提取方法。采用超声处理的方法,比较了甲醇、乙醇、75%乙醇对样品中芍药苷提取效果的影响,结果以 75%乙醇所得提取率最高,因此选择 75%乙醇为提取溶剂。采用 75%乙醇超声提取,分别比较了提取 5、10、20、30 min 时样品中芍药苷的量,结果提取 20 min 得到的芍药苷的量较高,故采用超声提取 20 min。

发汗与不发汗续断中水溶性浸出物和川续断皂苷 VI 的比较

王 初

(杭州市中医院,浙江 杭州 310007)

续断为川续断科植物川续断 *Dipsacus asperoides* C. Y. Cheng et T. M. Ai 的干燥根。味苦、辛,微温,归肝、肾经,具有补肝肾,行血脉,续折伤的功用,临床上多用于腰膝酸软、风湿痹痛、崩漏、胎漏、跌打损伤等症。续断在秋季采挖。《浙江省中药炮制规范》中续断采用除去根头和须根,用微火烘至半干,堆置“发汗”至内部变绿色时,再烘干获得。近年来,市场上存在使用没有发汗或未发汗完全的续断药材,并且其颜色和性状与发汗完全的续断药材

也具有很大的区别。因此本实验比较发汗与不发汗续断药材中水溶性浸出物和药效成分的差异,探讨发汗工艺对续断药材炮制的影响。

1 仪器与试药

Agilent 1100 高效液相色谱仪,超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),Mettler XS105 电子天平,Memmert 电热恒温鼓风干燥箱。发汗与不发汗续断药材均由浙江中医药大学中药饮片厂提供,经浙江中医药大学中药饮片厂张云副主任中药师鉴

妇炎康分散片的质量标准研究

作者: [王临润](#), [张国兵](#), [倪晟](#), [蔡捷](#)
作者单位: [王临润, 张国兵, 蔡捷 \(浙江大学医学院附属第一医院, 浙江, 杭州, 310003\)](#), [倪晟 \(浙江医药发展研究有限公司, 浙江, 杭州, 310012\)](#)
刊名: [中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年, 卷(期): 2007, 38 (6)

本文读者也读过(10条)

1. [戚建航](#) [电子处方系统在我院的应用](#) [期刊论文] - [现代医药卫生](#) 2007, 23 (13)
2. [韦相忠](#), [蔡卓](#), [李耀华](#), [秦松梅](#), [劳深](#), [王建](#) [广西莪术微波炮制品中牦牛儿酮含量的研究](#) [期刊论文] - [时珍国医国药](#) 2010, 21 (5)
3. [崔国静](#), [马慧敏](#), [贺蕾](#) [三棱的鉴别](#) [期刊论文] - [首都医药](#) 2010 (15)
4. [张少军](#), [徐飞龙](#), [张国兵](#), [ZHANG Shaojun](#), [XU Feilong](#), [ZHANG Guobing](#) [HPLC法测定氟伐他汀钠缓释片的含量](#) [期刊论文] - [中国药房](#) 2007, 18 (34)
5. [潘莹](#), [江海燕](#), [PAN Ying](#), [JIANG Hai-yan](#) [正交实验法改进广西莪术醋制炮制工艺的初探](#) [期刊论文] - [时珍国医国药](#) 2009, 20 (9)
6. [谈超](#), [金涌](#), [夏泉](#), [TAN Chao](#), [JIN Yong](#), [XIA Quan](#) [莪术二酮抗炎镇痛作用的实验研究](#) [期刊论文] - [中国骨肿瘤骨病](#) 2009, 8 (3)
7. [章晶](#), [唐骏](#) [HPLC法测定妇炎康片中苦参碱的含量](#) [期刊论文] - [湖北中医杂志](#) 2008, 30 (4)
8. [张少军](#), [张国兵](#), [陈启明](#) [2006年我院门、急诊麻醉药品用药分析](#) [期刊论文] - [中国药业](#) 2007, 16 (15)
9. [申屠建中](#), [卢晓阳](#), [周惠丽](#), [郑国刚](#), [陈志根](#), [黄明珠](#), [史美甫](#), [SHENG-TU Jian-zhong](#), [LU Xiao-yang](#), [ZHOU Hui-li](#), [ZHENG Guo-gang](#), [CHEN Zhi-gen](#), [HUANG Ming-zhu](#), [SHI Mei-fu](#) [硫酸苄地那韦胶囊人体生物等效性研究](#) [期刊论文] - [中国药学杂志](#) 2006, 41 (2)
10. [朱善岚](#), [黄品芳](#) [HPLC法测定莪术不同炮制品中姜黄素含量](#) [期刊论文] - [海峡药学](#) 2007, 19 (3)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200706029.aspx