

学报, 2006, 22(1): 48-49.

[3] 周文孝. 聚乙二醇在剂型优化中的应用[J]. 中国药杂志, 1995, 30(12): 713.

[4] 罗晓健. 舒心滴丸成型工艺研究[J]. 中成药, 2002, 24(4): 250.

[5] 黄绳武, 吴智慧. 安心康滴丸成型工艺研究[J]. 浙江中医药大学学报, 2006, 30(3): 293-295.

[6] 曾德惠. 滴丸剂的生产与理论[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.

结肠炎散 I 号的质量标准研究

周永梅, 王巨存, 冯鑫, 房德敏

(天津医院, 天津 300211)

摘要:目的 制定结肠炎散 I 号质量控制方法。方法 采用 TLC 法对方中的黄连、五倍子进行了定性鉴别; 采用 HPLC 法对方中鞣玉红进行了测定。结果 本品定性鉴别薄层色谱特征明显; 鞣玉红在 0.129 3~0.226 2 $\mu\text{g/mL}$ 具有良好的线性关系($r=0.9995$), 平均回收率为 99.8%, RSD 为 1.62%。结论 该方法可以准确地进行定性、定量检测, 有效地控制结肠炎散 I 号的质量。

关键词:结肠炎散 I 号; 黄连; 五倍子; 薄层色谱; 鞣玉红; 高效液相色谱

中图分类号:R286.02

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)08-1176-03

结肠炎散 I 号是我院传统中药制剂, 主要由青黛、黄连、五倍子、白及、海螵蛸等多种中药配伍而成, 具有清热解毒、收敛生肌之功效, 适用于溃疡性结肠炎。原质量标准中仅有性状及检查项, 无定性、定量项。为了提高产品质量控制水平, 本研究对方中黄连、五倍子进行了薄层色谱鉴别, 并建立了其中鞣玉红的测定方法。

1 仪器与试药

美国 Waters 高效液相色谱仪(515HPLC 泵、486 紫外检测器, Millennium2010 色谱工作站), TCQ-250 超声波清洗器(北京医疗设备二厂), TG332A 微量分析天平(湘仪天平仪器厂)。

结肠炎散 I 号由天津医院药剂科制剂室制备; 鞣玉红(批号 110717-200204)、盐酸小檗碱(批号 110713-200208)、没食子酸(批号 110831-200302)对照品, 黄连(批号 121751-200306)、五倍子(批号 121506-200204)对照药材购于中国药品生物制品检定所; 所用试剂均为分析纯, 流动相所用试剂为色谱纯, 水为二次重蒸水, 硅胶 G 薄层板为烟台市化学工业研究所生产的预制板。

2 薄层色谱鉴别

2.1 阴性对照的制备: 依照结肠炎散 I 号的处方, 按照结肠炎散 I 号的制备方法分别制备不含黄连、五倍子的对应散剂, 作为阴性对照。

2.2 黄连的鉴别^[1]: 取结肠炎散 I 号粉末 4 g, 加甲

醇 10 mL, 超声提取 15 min, 滤过, 滤液作为供试品溶液。另取黄连对照药材 0.050 g, 加甲醇同法制成对照药材溶液。取盐酸小檗碱对照品适量, 加甲醇制成 0.5 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版附录 VIB)试验, 吸取上述溶液各 2 μL , 分别点于同一硅胶 G 的薄层板上, 以苯-醋酸乙酯-异丙醇-甲醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3)为展开剂, 加入双槽展开缸中, 另一槽内加入等体积的浓氨试液, 预平衡 15 min 展开 8 cm, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视, 结果供试品色谱在与对照药材和对照品色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点。见图 1。

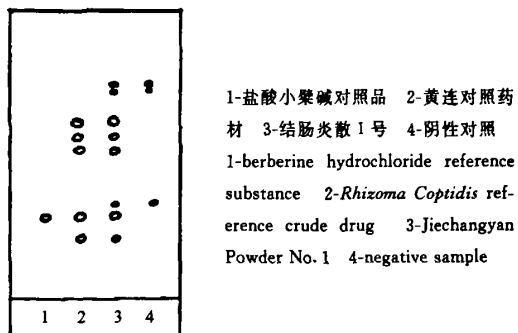


图 1 结肠炎散 I 号中黄连的薄层色谱图

Fig. 1 TLC Chromatogram of *Rhizoma Coptidis* in Jiechangyan Powder No. 1

收稿日期: 2007-11-23

作者简介: 周永梅(1975—), 女, 黑龙江人, 主管中药师, 研究方向: 中药制剂质量标准。

Tel/Fax: (022)28322065 E-mail: pang5466@sina.com

2.3 五倍子的鉴别:结肠炎散 I 号粉末 7 g,加甲醇 20 mL,超声提取 15 min,静置过夜,滤过,滤液作为供试品溶液。另取五倍子对照药材 0.5 g,加甲醇 5 mL,同法制成对照药材溶液。取没食子酸对照品适量,加甲醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。依照薄层色谱法试验,吸取上述溶液各 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲酸乙酯-甲酸(5:5:1)为展开剂,展开、取出、晾干,喷以 5% 的三氯化铁试液,结果在结肠炎散 I 号色谱中,与对照品及对照药材色谱相应的位置上,显相同的蓝黑色斑点。见图 2。

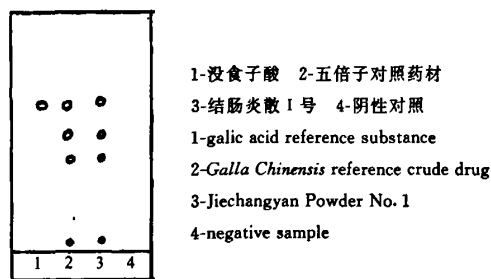


图 2 结肠炎散 I 号中五倍子的薄层色谱图
Fig. 2 TLC Chromatogram of *Galla Chinensis* in Jiechangyan Powder No. 1

3 靛玉红的测定

3.1 测定波长的选择:取靛玉红对照品适量,用三氯甲烷溶解,即得溶液,并在 190~500 nm 进行了光谱扫描,结果靛玉红在 292 nm 处有最大吸收波长,因此本实验选择了 292 nm 作为检测波长。

3.2 色谱条件及系统适应性:色谱柱为 Thermo C₁₈(250 mm×4.6 mm,5 μ m);预柱为 Elite C₁₈(50 mm×4.6 mm,5 μ m);流动相:甲醇-水(85:15);柱温:室温;体积流量:1.0 mL/min;检测波长:292 nm;进样量:20 μ L。

3.3 供试品溶液的制备:精密称取经五氧化二磷干燥至恒重的样品粉末约 25 mg,置具塞锥形瓶,加三氯甲烷 5 mL,超声提取 10 min,再加入 20 mL 甲醇振摇,滤过。滤渣继续加入三氯甲烷 4 mL,超声提取 10 min,再加入 16 mL 甲醇超声 5 min,滤过。合并两次滤液,用甲醇-三氯甲烷(8:2)定容于 50 mL 量瓶中,即得。

3.4 对照品储备液的制备:精密称取经五氧化二磷干燥至恒重的靛玉红约 10 mg 置 10 mL 量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取 1 mL 置 50 mL 量瓶中,加甲醇-三氯甲烷(8:2)至刻度,摇匀,即得质量浓度为 20 μ g/mL 的靛玉红对照品

储备液。

3.5 阴性对照溶液的制备:按照处方量制备除青黛的结肠炎散 I 号,按供试品溶液的制备方法制备阴性对照溶液。

3.6 干扰试验考察:在上述色谱条件下,取对照品储备液、供试品溶液和阴性对照溶液各 20 μ L 进样,结果见图 3。在对照品色谱峰保留时间相应的位置上,阴性对照溶液在此峰位无吸收,因此对样品的测定无干扰。

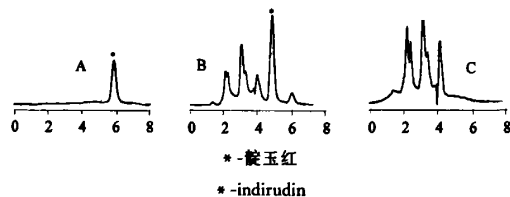


图 3 靛玉红对照品(A)、结肠炎散 I 号(B)和阴性对照(C)的高效液相色谱图

Fig. 3 HPLC Chromatograms of indirubin reference substance (A), Jiechangyan Powder No. 1 (B), and negative sample (C)

3.7 线性关系考察:精密量取 0.4 mL 20 μ g/mL 靛玉红对照品储备液置 10 mL 量瓶中,加甲醇-三氯甲烷(8:2)稀释至刻度,摇匀。精密量取 1.6、1.8、2.0、2.2、2.4、2.6、2.8 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇-三氯甲烷(8:2)至刻度,摇匀,依次进样 20 μ L,测定。同一质量浓度测定 3 次,取其平均值。以质量浓度(C)为横坐标,峰高(H)为纵坐标绘制标准曲线,得回归方程 $H = 6180.66C - 16.6396$, $r = 0.9995$ 。结果表明靛玉红在 0.1293~0.2262 μ g/mL 与峰高呈良好的线性关系。

3.8 精密度试验:精密吸取 20 μ g/mL 靛玉红对照品储备液 20 μ L,重复进样 6 次,测定靛玉红峰高,结果其 RSD 为 0.52%。

3.9 重现性试验:分别取批号 060902 的样品 25 mg,共 6 份,精密称定,制备供试品溶液,分别进样测定峰高,计算靛玉红的质量分数,结果其 RSD 为 1.25%。

3.10 稳定性试验:精密吸取同一供试品溶液 20 μ L,分别在 0、2、4、6、8、10 h 进样测定靛玉红的色谱峰高。结果供试品溶液制备后 10 h 内色谱峰高无明显变化,RSD 为 0.85%,表明供试品溶液制备后 10 h 内是稳定的。

3.11 加样回收率试验:精密称取结肠炎散 I 号样品适量(每份含靛玉红约 4.11 μ g),共 6 份,精密加入 0.2 mL 20 μ g/mL 靛玉红对照品储备液,制备供

试品溶液,进样测定,计算,结果平均回收率为 99.8%,RSD 为 1.62%。

3.12 样品测定:取 3 个不同批号的结肠炎散 I 号粉末 25 mg,各 3 份,精密称定,制备供试品溶液,在上述色谱条件下进样,测定,采用外标法计算,结果见表 1。

表 1 结肠炎散 I 号中靛玉红的测定结果($n=3$)

Table 1 Indirubin in Jiechangyan Powder No. 1 ($n=3$)

批号	靛玉红/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
051012	323.3	1.52
051212	368.6	1.42
060512	294.7	1.48

4 讨论

五倍子的鉴别试验中,如完全按照《中国药典》2005 年版一部五倍子项下方法操作,样品的图谱有的斑点较浅,因此提取后放置过夜,而且采用 5%三氯化铁试液显色的方法^[2],才能使结肠炎散 I 号色谱中,在与对照品及对照药材色谱相应的位置上,显

相同的蓝黑色斑点。

青黛为本制剂处方中的君药,但靛蓝稳定性差,所以选择靛玉红作为测定的指标。因本法是反相色谱法,且靛玉红易溶解于氯仿、丙酮中,而在甲醇中溶解稍差,若单选择氯仿作溶剂,峰形会受影响,故综合靛玉红的提取及色谱分离两个因素,经比较试验,用甲醇-氯仿(8:2)作溶剂,不仅提取效果较好,色谱峰形也较好。

供试品提取方法的选择中进行了超声提取、回流提取两种提取方法比较^[3],结果在不同提取方法制备样品中靛玉红的质量分数基本不变,但超声提取杂质峰干扰小,提取时间短,操作简便故采用超声提取的方法。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 张贵君. 现代中药材商品通鉴[M]. 北京:中国中医出版社, 2001.
- [3] 罗晓健,张任,何雁. 八味锡类散质量标准的研究[J]. 中草药, 2006, 37(4): 537-539.

高效液相色谱分离纯化九节龙皂苷 I

李斐^{1,2}, 王晓娟^{1*}, 孙晓莉², 黄永刚³, 王荣¹, 常晓亮⁴

(1. 第四军医大学第三附属医院, 陕西 西安 710032; 2. 第四军医大学 化学教研室, 陕西 西安 710032;
3. 陕西盘龙制药有限公司, 陕西 西安 710032; 4. 陕西中医学院 药学院, 陕西 咸阳 712046)

摘要:目的 采用制备色谱系统从九节龙皂苷粗品中分离纯化九节龙皂苷 I, 建立其纯化工艺。方法 九节龙皂苷粗品采用柱色谱分离, 然后采用制备色谱系统, 收集对应峰的回收液, 即得九节龙皂苷 I, 并对产品进行了 TLC 定性和质量分数定量分析。结果 产品经 HPLC 检测, 为九节龙皂苷 I, 质量分数达 99% 以上。结论 用制备色谱系统进行九节龙皂苷 I 的分离和纯化, 具有简便、快捷、周期短、自动化程度高、收集全面等优点。

关键词:九节龙; 九节龙皂苷 I; 制备高效液相色谱; 分离; 纯化

中图分类号:R286.02

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2008)08-1178-03

九节龙系紫金牛科紫金牛属植物川产九节龙 *Ardisia pusilla* A. DC. 的全草, 有清热解毒、消肿止痛的功用, 民间用于跌打损伤, 活血通络, 亦可用于蛇咬伤。九节龙全草中的九节龙皂苷 I 有抗肿瘤活性^[1]。药理实验表明九节龙皂苷 I 有明显增强巨噬细胞的吞噬活性和增加 SREC 数目, 即有提高免疫功能的作用。对 S₁₈₀、ESC、B₁₆ 黑色素瘤有不同程度的抑制作用^[2,3]。由于九节龙皂苷中含有性质相近的五环三萜类成分, 相对分子质量相差不大, 因此对

于单体的分离具有很大的难度。采用传统的分离纯化方法, 难以获得高质量分数的单体, 本研究采用制备色谱系统, 根据目标产物九节龙皂苷 I 的性质特点, 优化色谱条件进行分离纯化, 并采用 HPLC 法进行质量分数测定, 证实可获得高质量分数的九节龙皂苷 I, 比其他的方法更先进、可靠, 适用于工业化生产。

1 材料和与仪器

九节龙皂苷粗品由第四军医大学口腔医院药剂

收稿日期: 2007-12-29

基金项目: 陕西省科技公关项目[2004K18-G3(1)]

作者简介: 李斐(1983-), 女, 四川达州人, 硕士, 研究方向为药物化学。Tel: (029)84776189 E-mail: lifei19831226@163.com

* 通讯作者 王晓娟 Tel: (029)84776189 E-mail: wxjyh231@fmmu.edu.cn

结肠炎散I号的质量标准研究

作者：[周永梅](#)，[王巨存](#)，[冯鑫](#)，[房德敏](#)
作者单位：[天津医院, 天津, 300211](#)
刊名：[中草药](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名：[CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)
年，卷(期)：2008, 39 (8)

参考文献(3条)

1. [中华人民共和国药典\(一部\)](#) 2005
2. [张贵君](#) [现代中药材商品通鉴](#) 2001
3. [罗晓健](#); [张任](#); [何雁](#) [八味锡类散质量标准的研究](#) [期刊论文]-[中草药](#) 2006 (04)

本文读者也读过(10条)

1. [吴方忠](#). [吴松青](#). [于淑静](#) [骨髓炎的中医分期治疗经验](#) [会议论文]-2008
2. [李如辉](#). [张华](#). [宋贵杰](#) [中医药治疗慢性骨髓炎的研究进展](#) [期刊论文]-[甘肃中医](#) 2007, 20 (11)
3. [刘振云](#) [中药内服外用治疗细菌培养阴性慢性骨髓炎31例体会](#) [期刊论文]-[中医药导报](#) 2009, 15 (1)
4. [高泉阳](#). [蒋士卿](#) [归芍骨康汤治疗慢性骨髓炎40例](#) [期刊论文]-[中国中医药现代远程教育](#) 2009, 7 (10)
5. [林晓莲](#). [周国莉](#). [唐吉平](#) [复方黄连液的工艺研究及临床观察](#) [期刊论文]-[中国医学创新](#) 2008, 5 (34)
6. [张竹君](#) [蛭倍煎防治肾小管间质纤维化的实验研究](#) [学位论文] 2005
7. [李东鸿](#). [冯蕾](#). [孙辅](#) [骨炎宝胶囊治疗骨髓炎178例](#) [期刊论文]-[中国药业](#) 2005, 14 (6)
8. [江海燕](#). [陈勇](#). [张辉](#) [苦参不同炮制品中苦参碱和氧化苦参碱含量测定](#) [期刊论文]-[中成药](#) 2001, 23 (3)
9. [王秀兰](#). [武晓兰](#). [吴龙堂](#) [五味风湿胶囊质量标准研究](#) [期刊论文]-[中成药](#) 2006, 28 (6)
10. [蒋奎](#). [黄筱萍](#). [张榕](#). [杨剑勇](#). [吴棣](#) [酸枣仁汤制剂中4味药材的薄层色谱鉴别](#) [期刊论文]-[四川化工](#) 2004, 7 (6)

本文链接：http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200808021.aspx