

舒筋定痛片的质量标准研究

阎维维*

(天津市环湖医院, 天津 300060)

摘要:目的 建立舒筋定痛片的质量标准。方法 采用薄层色谱法对舒筋定痛片中的当归、大黄进行定性鉴别; HPLC 法测定舒筋定痛片中柚皮苷。结果 薄层色谱鉴别专属性强。柚皮苷在 0.061 28~ 1.225 μg 线性关系良好, 平均回收率为 100.5%, RSD 值为 1.78% ($n=6$)。结论 方法简便快速、结果准确, 可有效控制舒筋定痛胶囊的质量。

关键词:舒筋定痛片; 当归; 大黄; 薄层色谱; 柚皮苷; 高效液相色谱

中图分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2010)07-1113-03

舒筋定痛片收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15 册, 由骨碎补、当归、乳香、大黄、土鳖虫、红花、没药等组成, 具有活血散瘀、消肿止痛功效, 用于治疗跌打损伤, 慢性腰痛、风湿痹痛。在原标准中未设鉴别和测定检查项。骨碎补为本品中主药之一, 柚皮苷为骨碎补主要活性成分之一。为了有效的控制其质量, 本实验增加了舒筋定痛片中当归、大黄的薄层色谱鉴别法, 建立了 HPLC 法对舒筋定痛片中柚皮苷的测定, 为该制剂的生产提供了质量控制依据。

1 仪器与试药

HPI100 高效液相色谱仪; 自制羧甲基纤维素钠为黏合剂硅胶 H 薄层板; 当归对照药材(批号 927-200010)、柚皮苷对照品(批号 110722-200309) 购自中国药品生物制品检定所; 大黄酚对照品由天津药物研究院提供, 质量分数 > 98%; 舒筋定痛片为本研究室自行研制; 甲醇为色谱纯, 磷酸、石油醚(60~90℃)、醋酸乙酯、甲酸、氨水等均为分析纯, 去离子水。

2 方法与结果

2.1 舒筋定痛片中当归的薄层色谱法鉴别^[1]: 取本品 7 片, 研细, 置具塞锥形瓶中, 加乙醚 30 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液低温蒸干, 残渣加醋酸乙酯 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取当归对照药材 1 g, 加乙醚 20 mL, 照供试品溶液的制备方法制成对照药材溶液。按处方取除去当归的各味药材, 按法制成浸膏粉, 取浸膏粉适量, 照供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取供试品溶液、对照药材溶液和阴性对照溶液各 5 μL , 分别点

于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上, 以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯-甲酸(8:1:0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 再用同一展开剂进行二次展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm) 下检视, 结果见图 1。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的荧光斑点。阴性对照色谱中, 无此斑点。

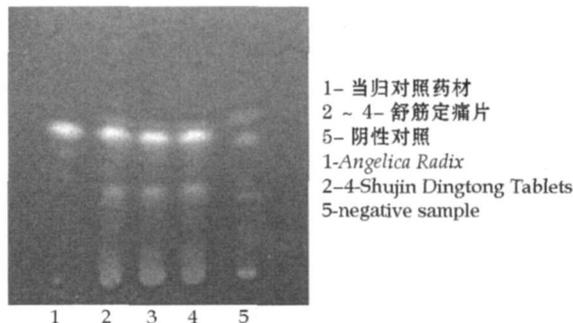


图 1 舒筋定痛片中当归的 TLC 图谱

Fig. 1 TLC Chromatograms of *Angelica Radix* in Shujin Dingtong Tablets

2.2 舒筋定痛片中大黄的薄层色谱法鉴别^[1]: 取本品 7 片, 按 2.1 项下方法制备供试品溶液, 作为供试品溶液。取大黄素对照品, 加三氯甲烷制成 0.5 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。按处方取除去大黄的各味药材, 按法制成浸膏粉, 取浸膏粉适量, 依照供试品溶液的制备项下操作, 制备阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 5 μL , 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上, 以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯-甲酸(15:5:1) 的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置氨蒸气中熏至

* 收稿日期: 2009-12-08

作者简介: 阎维维(1962—), 女, 河北人, 副主任药师, 1984 年毕业于天津医科大学药理学系, 研究方向为中西药基础研究、临床药学。

E-mail: tianjinwjg@yahoo.com.cn

斑点显色清晰, 结果见图 2。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同的红色斑点。阴性对照色谱中, 无此斑点。

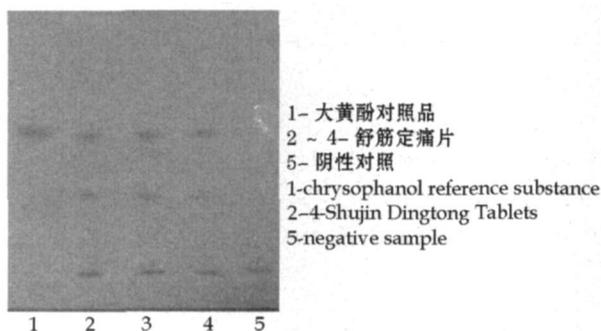


图 2 舒筋定痛片中大黄的 TLC 图谱

Fig. 2 TLC Chromatograms of *Rhei Radix et Rhizoma* in Shujin Dingtong Tablets

2.3 柚皮苷的 HPLC 法测定

2.3.1 色谱条件^[2]: Kromasil 不锈钢柱 (200 mm × 4.6 mm, 5 μm) (天和色谱实验室填充); 流动相乙腈-0.3% 冰醋酸水溶液 (17: 83); 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 25 °C; 检测波长 283 nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 5 000。

2.3.2 对照品溶液的制备: 精密称取柚皮苷对照品 7.66 mg, 置 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品贮备液。精密吸取对照品贮备液 1 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加 70% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3.3 供试品溶液的制备: 取质量差异项下的本品, 研成细粉, 取约 0.6 g, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加 70% 甲醇约 20 mL, 超声提取 10 min 取下, 放冷, 加 70% 甲醇至刻度, 摇匀; 精密量取上述溶液 10 mL 置蒸发皿中, 蒸干, 残渣用水 20 mL 分次转移至分液漏斗中, 用正丁醇提取 3 次 (15、15、10 mL), 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣用 70% 甲醇定量转移至 10 mL 量瓶中并加至刻度, 摇匀, 过 0.45 μm 有机膜, 弃去初滤液, 取续滤液, 作为供试品溶液。

2.3.4 阴性对照溶液的制备: 按本品处方及工艺制备骨碎补缺味样品, 照供试品溶液的制备处理, 作为阴性对照溶液。

2.3.5 系统适应性试验: 在选定的条件下, 分别取供试品溶液、对照品溶液、阴性对照溶液 20 μL 注入液相色谱仪, 记录色谱图。结果表明阴性对照在柚皮苷色谱峰处无相应峰出现, 表明其他药味对测定无影响, 见图 3。

2.3.6 标准曲线的制备: 分别精密量取 0.153 2 mg/mL 柚皮苷对照品贮备液 0.2、0.5、1.0、2.0、

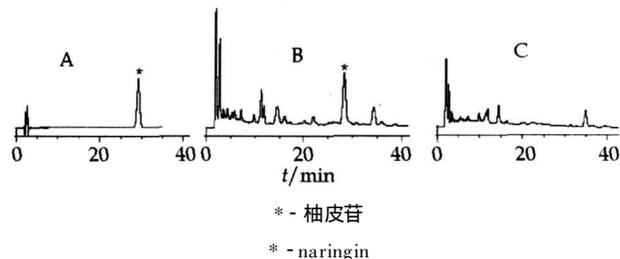


图 3 柚皮苷对照品(A)、舒筋定痛片(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 3 HPLC Chromatograms of naringin reference substance (A), Shujin Dingtong Tablets (B), and negative sample (C)

3.0、4.0 mL 置 10 mL 量瓶中, 用 70% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 分别进样 20 μL, 记录色谱图, 读取峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标作图, 得标准曲线, 拟合回归方程 $Y = 1\,790.1 X + 4.65$, $r = 1.000\,0$ 。表明柚皮苷在 0.061 28~ 1.225 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

2.3.7 精密度试验: 精密量取供试品溶液 20 μL, 重复进样 6 次, 记录柚皮苷峰面积值, 计算得其 RSD 为 0.47%。

2.3.8 稳定性试验: 取供试品溶液和对照品溶液在 0、2、4、8、24、48 h 分别进样 20 μL, 结果柚皮苷对照品峰面积的 RSD 为 0.56% ($n = 6$), 供试品溶液中柚皮苷峰面积 RSD 为 1.12% ($n = 6$), 结果表明对照品溶液和供试品溶液在室温放置 48 h 稳定。

2.3.9 重现性试验: 取同一批号样品 6 份, 制备供试品溶液, 测定柚皮苷质量分数为 0.625 mg/g, RSD 为 1.83%。

2.3.10 回收率试验: 采用加样回收法。取同一批样品 (质量分数为 0.625 mg/g) 细粉约 0.3 g, 6 份, 精密称定, 置于 25 mL 量瓶中, 加入 0.153 2 mg/mL 柚皮苷对照品溶液 1.0 mL, 制备供试品溶液, 按法测定, 结果平均回收率为 100.5%, RSD 值为 1.78% ($n = 6$)。

2.3.11 样品的测定: 取各批样品, 制备供试品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 20 μL, 进样测定, 计算柚皮苷的质量分数, 结果见表 1。

表 1 舒筋定痛片中柚皮苷的测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Determination of naringin in Shujin Dingtong Tablets ($n = 3$)

批号	柚皮苷/(mg · g ⁻¹)	批号	柚皮苷/(mg · g ⁻¹)
050520	0.633	050525	0.615
050521	0.632	050526	0.775
050522	0.630	050527	0.611
050525	0.666	050528	0.616
050524	0.611	050529	0.614

3 讨论

3.1 检测波长的确定: 取柚皮苷对照品溶液及加流动相制成的对照品溶液(0.01 mg/mL), 在200~400 nm测紫外吸收光谱, 结果在213、227、283、326 nm处有吸收峰, 最大吸收波长为213 nm, 227 nm处次之, 再次为283 nm; 由于213 nm和227 nm处于末端, 因此选择(283±1) nm作为测定波长。

3.2 色谱条件的考察: 比较了甲醇-水-冰醋酸(40:60:0.5)、乙腈-水-醋酸(15:85:0.5)、乙腈-0.05 mol/L磷酸二氢钾(15:8)、乙腈-0.3%醋酸溶液(17:83)。结果发现本实验采用的流动相在相对弱酸条件下分离效果理想, 保留时间适中, 峰形较好。在色谱条件的试验选择中, 发现柱温对保留时

间影响较大, 柱温在25℃适宜。

3.3 提取溶剂的选择: 分别采用70%乙醇、甲醇、70%甲醇、50%甲醇作为提取溶剂, 结果发现用50%甲醇和70%甲醇测定的结果最高, 70%乙醇的测定值次之, 甲醇测定值最低; 故采用70%甲醇为供试品溶液提取溶剂。由于本品中水溶性杂质较多, 用正丁醇对样品进行了处理, 以降低色谱柱的负荷; 同时考察了正丁醇的提取次数, 结果表明萃取3次即可提取完全。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部, 2005
- [2] 王跃生, 饶毅, 魏惠珍, 等. HPLC“内标”多控法测定四逆散中芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、甘草酸和新橙皮苷[J]. 中草药, 2008, 39(9): 1316-1319

HPLC法测定前列舒乐颗粒中淫羊藿苷

郑林, 刘毅, 卢锦辉*

(贵阳中医学院, 贵州 贵阳 550002)

摘要: 目的 建立HPLC法测定前列舒乐颗粒中淫羊藿苷。方法 采用HPLC法, Diamonsil(Waters) C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 乙腈-水(28:72)为流动相; 检测波长270 nm; 体积流量1.0 mL/min; 柱温25℃。结果 淫羊藿苷在104.96~314.88 μg线性关系良好, $r=0.9999$, 平均回收率为99.85%, RSD为1.218。结论 本实验方法准确可行, 重复性好, 可用于前列舒乐颗粒中淫羊藿苷的质量控制。

关键词: 前列舒乐颗粒; 淫羊藿苷; 高效液相色谱

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2010)07-1115-02

前列舒乐颗粒来源于贵州苗族验方, 由淫羊藿、黄芪、川牛膝、车前草等组方而成, 用于肾脾双虚, 气滞血瘀, 前列腺增生, 慢性前列腺炎; 神疲乏力, 腰膝疲软无力, 小腹坠胀, 小便不爽, 点滴不出, 或尿频、尿急、尿道涩痛。方中重用淫羊藿补肾壮阳, 祛风除湿, 增精益髓, 为君药, 具有补肾益气、化瘀通淋的功能。该制剂原质量标准中无测定项。为了有效控制产品质量, 实验选用淫羊藿苷作为检测指标, 参照淫羊藿苷的测定方法^[1-3], 采用高效液相色谱法进行测定。方法准确可行, 重现性好, 可有效地控制制剂的质量。

1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Waters2487双通道紫外检测器, Waters 515泵(Waters), 威玛龙色谱数据工作站(南宁市威玛龙色谱科技有限公司)。科导超声仪

(工作频率59 kHz, 功率250 W)。AUY220万分之一电子天平(上海良平仪器仪表有限公司)。Etterab204—S十万分之一电子天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

淫羊藿苷对照品(批号110737-200312)购自中国药品生物制品检定所, 前列舒乐颗粒由贵阳东伟药业有限公司提供(批号20080302、20080303、20080305、20080306)。

乙腈(天津市大茂化学试剂厂)、甲醇(上海星可生化有限公司)为色谱纯, 乙醇(成都金山化学有限公司)、甲醇(上海振兴化工一厂)为分析纯, 娃哈哈牌纯净水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验: Diamonsil(Waters) C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 乙腈-水

* 收稿日期: 2010-01-19

作者简介: 郑林(1964—), 男, 贵州人, 副教授, 研究方向为中药资源开发与利用。E-mail: zhenglin_zy@yahoo.com.cn

* 贵阳中医学院药学系09届毕业生