

# 头风痛丸质量标准

邓超澄<sup>1\*</sup>, 冯看<sup>2</sup>, 何春玲<sup>1</sup>, 卢澄生<sup>1</sup>, 蔡少芳<sup>1</sup>

(1. 广西中医药大学, 南宁 530001; 2. 广西柳州市疾病预防控制中心, 广西 柳州 545007)

**[摘要]** 目的: 建立头风痛丸的质量标准。方法: 采用薄层色谱法(TLC)对头风痛丸中的川芎进行定性鉴别, 用高效液相色谱法(HPLC)测定白芷中欧前胡素的含量。结果: TLC法能检出川芎, 且斑点清晰, 分离度好, 易于识别; 欧前胡素在 0.323 2~1.616  $\mu\text{g}$  与峰面积呈良好线性关系( $r = 0.999\ 9$ ), 平均回收率为 98.0% (RSD 0.84%)。结论: 该方法简便、可靠, 可用于头风痛丸的质量控制。

**[关键词]** 头风痛丸; 薄层色谱法; 欧前胡素; 高效液相色谱法; 质量标准

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)22-0140-03

## Quality Standard of Toufengtong Pill

DENG Chao-cheng<sup>1\*</sup>, FENG Kan<sup>2</sup>, HE Chun-ling<sup>1</sup>, LU Cheng-sheng<sup>1</sup>, CAI Shao-fang<sup>1</sup>

(1. Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530001, China;  
2. Liuzhou Center for Disease Prevention and Control, Liuzhou 545007, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish the quality standard of Toufengtong pill. **Method:** Chuanxiong in the Toufengtong pill was identified by TLC. The content of imperatorin was determined by HPLC. **Result:** The TLC spots developed were fairly and simply identical. There was a good linear relationship for imperatorin with in the range of 0.323 2-1.616  $\mu\text{g}$  ( $r = 0.999\ 9$ ). The average recovery was 98.0% (RSD 0.84%). **Conclusion:** This method is sensitive, accurate, reproducible and specific, it can be used for the quality control of Toufengtong pill.

**[Key words]** Toufengtong pill; TLC; imperatorin; HPLC; quality standard

头风痛丸由白芷、川芎、绿茶组成, 收载于《卫生部药品标准中药成方制剂》第 9 册(以下简称部颁标准)。本品具有祛风止痛的功效, 主要用于偏头痛、眉棱骨痛、额窦炎等症。部颁标准中没有建立头风痛丸的含量测定方法, 目前也尚未见头风痛丸质量标准的相关报道。因此, 本文采用 TLC 对头风痛丸中的臣药川芎进行定性鉴别, 用 HPLC 对君药白芷中的主要有效成分欧前胡素进行含量测定。

### 1 材料

**1.1 仪器** Agilent1100 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司), Lichrospher5-C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5  $\mu\text{m}$ )(江苏汉邦科技有限公司), BS224S 型电

子分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司), B3200S-T 型超声仪(上海必能信超声有限公司)。

**1.2 试药** 欧前胡素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 11826-200410), 川芎对照药材(中国药品生物制品检定所, 批号 120918-200507), 头风痛丸(吉林省康福药业有限公司生产, 批号 20070302, 20070401, 20070421), HPLC 流动相所用甲醇为色谱纯(天津市四友生物医学技术有限公司), 水为重蒸馏水, 其他化学试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 川芎定性鉴别** 取本品粉末 2 g, 加乙醚 20 mL, 超声提取 20 min, 滤过, 挥干, 残渣加乙醇 1 mL 溶解, 作为供试品溶液<sup>[1-2]</sup>。取川芎对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。取川芎药材 1 g, 同法制成药材供试品溶液。按处方比例称取除川芎以外的其他药材, 按部颁标准“制法”项下的方法制成缺川芎的阴性样品, 同法制成缺川芎阴性对照液。照

**[收稿日期]** 20110830(010)

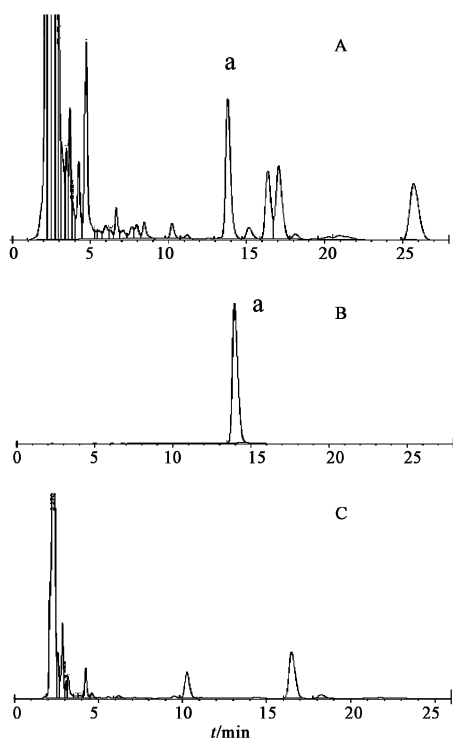
**[通讯作者]** \* 邓超澄, 副教授, 从事中药、民族药有效成分及质量标准研究, Tel: 13977197531, E-mail: nnhouyucheng@163.com

薄层色谱法(《中国药典》2010年版一部附录VIB)实验,吸取上述溶液各5  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶G板上,以环己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展距12 cm,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视。结果供试品色谱在与对照药材色谱相应的位置上显相同的蓝色荧光斑点(阴性无干扰)。

## 2.2 白芷中欧前胡素含量测定

### 2.2.1 色谱条件

Lichrospher- $\text{C}_{18}$  色谱柱(4.6 mm  $\times$  250 mm, 5  $\mu\text{m}$ ),流动相<sup>[2-4]</sup> 甲醇-水(62:38),流速1 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>,VWD 紫外检测器,检测波长300 nm,柱温35  $^{\circ}\text{C}$ 。理论塔板数按欧前胡素峰计算不低于3 000。在上述色谱条件下进样10  $\mu\text{L}$ ,欧前胡素对照品,供试品溶液和缺白芷阴性对照溶液的高效液相色谱图见图1。



A. 供试品; B. 对照品; C. 缺白芷阴性液; a. 欧前胡素

图1 头痛丸 HPLC

### 2.2.2 对照品溶液的制备

精密称取欧前胡素对照品适量,置25 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,配成含欧前胡素161.6 mg $\cdot$ L<sup>-1</sup>的对照品贮备溶液,再精密量取5 mL置10 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,配成含欧前胡素80.8 mg $\cdot$ L<sup>-1</sup>的对照品溶液。

### 2.2.3 供试品溶液的制备

取本品适量,研细,

取约2 g,精密称定,置圆底烧瓶中,加甲醇30 mL,加热回流30 min,滤过,药渣再加甲醇20 mL,继续回流15 min,滤过,合并滤液,回收甲醇,残渣用甲醇定容到25 mL量瓶中,摇匀,取适量溶液以10万 r $\cdot$ min<sup>-1</sup>高速离心,取上清液,即为供试品溶液。

### 2.2.4 阴性对照溶液的制备

按处方比例称取除白芷以外的其他药材,按部颁标准“制法”项下的方法制成缺白芷的阴性样品,按2.2.3项下同法处理,即得阴性对照品溶液。

### 2.2.5 线性关系考察

分别精密量取含欧前胡素(161.6 mg $\cdot$ L<sup>-1</sup>)的对照品溶液1, 2, 3, 4, 5 mL置5 mL量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,配成含欧前胡素32.32, 64.64, 96.96, 129.28, 161.6 mg $\cdot$ L<sup>-1</sup>的对照品溶液。精密吸取上述对照品溶液各10  $\mu\text{L}$ ,注入高效液相色谱仪,记录色谱图,并以峰面积Y为纵坐标,欧前胡素的浓度X(mg $\cdot$ L<sup>-1</sup>)为横坐标进行线性回归。结果欧前胡素的回归方程为 $Y = 27\ 185.89X + 6.09$  ( $r = 0.999\ 9$ );在0.323 2 ~ 1.616  $\mu\text{g}$ 与峰面积呈良好线性关系。

### 2.2.6 精密度试验

精密吸取2.2.2项下对照品溶液10  $\mu\text{L}$ ,按上述色谱条件连续进样5次,记录欧前胡素的峰面积。结果欧前胡素峰面积RSD 0.82%,表明该方法精密度较好。

### 2.2.7 重复性试验

称取批号为20070302头痛丸样品5份,按2.2.3项下制成供试品溶液,并按上述色谱条件测定欧前胡素含量。结果欧前胡素峰面积RSD 3.73%,表明本法重复性较好。

### 2.2.8 稳定性试验

取同一供试品溶液(批号20070302),分别在制备后0, 2, 4, 8, 12 h进样10  $\mu\text{L}$ ,记录峰面积,结果欧前胡素峰面积RSD 1.33%,表明供试品溶液在12 h内基本稳定。

### 2.2.9 加样回收率试验

精密称取已知含量(批号20070302)的供试品细粉6份,每份约1 g,精密称定后置圆底烧瓶中,每份精密加入对照品溶液(欧前胡素0.296 g $\cdot$ L<sup>-1</sup>)2.5 mL,按2.2.3项下“加甲醇30 mL,加热回流30 min”起同法操作,测定供试液的峰面积,结果见表1。

## 2.3 样品含量测定

取3批(批号20070302, 20070401, 20070502)样品,按2.2.3项下方法制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液与对照品溶液各10  $\mu\text{L}$ ,注入液相色谱仪,测定欧前胡素的含量分别为0.688 8, 0.701 6, 0.705 2 mg $\cdot$ g<sup>-1</sup>。

# HPLC 测定利胆止痛胶囊中芍药苷的含量

王明星\*, 于秀华, 刘永强

(长春中医药大学附属医院, 吉林 130021)

**[摘要]** 目的:提高利胆止痛胶囊质量标准,增加含量测定项以对药品进行更好的质量控制。方法:采用 HPLC 对制剂方中赤芍进行含量测定。安捷伦 Agilent Extend-C<sub>18</sub>(4 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱,流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液(15:85),检测波长 230 nm,流速 1 mL·min<sup>-1</sup>,理论板数按芍药苷峰计算应不低于 4 000。结果:芍药苷在 0.144 ~ 0.720 μg 呈良好的线性关系,精密密度试验 RSD 0.54%,样品在 24 h 内基本稳定(RSD 1.17%),重复性试验 RSD 1.48%,平均加样回收率为 97.77% (RSD 1.48%)。依正文方法进行了 10 批样品的含量测定,利胆止痛胶囊芍药苷的平均含量 0.772 0 mg/粒。结论:该方法专属性强,灵敏度高、重复性好,可用于该制剂的质量控制。

**[关键词]** 利胆止痛胶囊; 芍药苷; HPLC

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)22-0142-03

## Determination of Paeniflorin Content in Lidan Zhitong Capsules by HPLC

WANG Ming-xing\*, YU Xiu-hua, LIU Yong-qiang

(The Affiliated Hospital to Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130021, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish a HPLC method for determining paeoniflorin content in Lidan Zhitong

**[收稿日期]** 20120210(005)

**[通讯作者]** \*王明星,助理研究员,硕士,从事中药有效成分及质量标准研究,Tel:0431-86177401,E-mail:horse1106@sohu.com

表 1 欧前胡素加样回收试验

| No. | 称样量<br>/g | 样品中<br>含量<br>/mg | 加入量<br>/mg | 测得量<br>/mg | 回收率<br>/% | 平均<br>回收率<br>/% | RSD<br>/% |
|-----|-----------|------------------|------------|------------|-----------|-----------------|-----------|
| 1   | 1.027 8   | 0.707 9          | 0.740 0    | 1.436 8    | 98.5      |                 |           |
| 2   | 0.997 3   | 0.686 9          | 0.740 0    | 1.406 9    | 97.3      |                 |           |
| 3   | 1.031 6   | 0.710 5          | 0.740 0    | 1.442 3    | 98.9      | 98.0            | 0.84      |
| 4   | 1.055 9   | 0.727 3          | 0.740 0    | 1.448 8    | 97.5      |                 |           |
| 5   | 1.081 1   | 0.744 6          | 0.740 0    | 1.474 2    | 98.6      |                 |           |
| 6   | 1.014 5   | 0.698 8          | 0.740 0    | 1.415 9    | 96.9      |                 |           |

### 3 讨论

HPLC 测定欧前胡素含量常用不同比例的甲醇-水系统<sup>[2-5]</sup>,经过试验预试,甲醇-水(62:38)对头痛丸中的欧前胡素的分离效果最好。

曾对比了回流提取、超声提取两种提取方法的

提取效果,发现欧前胡素的回流提取量比超声提取高出 21.4%;对比提取次数时,发现回流 1 次的提取量仅为回流提取 2 次的 66.2%,回流提取 2 次与回流提取 3 次的欧前胡素的含量没有显著行区别,因此选用回流提取 2 次,作为本试验含量测定的供试品溶液制备方法。

### [参考文献]

- [1] 甘业梅,曾玲.川芎药材质量标准研究[J].中国中医药信息杂志,2007,14(11):48.
- [2] 中国药典.一部[S].2010:34.
- [3] 蒋剑,田立江,赵新.复方白芷乳膏中欧前胡素的高效液相色谱法测定[J].新疆中医药,2005,23(3):9.
- [4] 彭菲,张胜,刘塔斯,等.四倍体白芷药材中欧前胡素的含量测定[J].中国中药杂志,2002,27(6):426.
- [5] 温莉萍,王秀兰,郜宁.HPLC 测定通窍鼻炎胶囊中欧前胡素的含量[J].华西药理学杂志,2003,18(1):65.

[责任编辑 顾雪竹]