

## 腰痛片的质量标准探讨

赵江红<sup>1</sup>, 高超旭<sup>2</sup>, 郭建功<sup>3</sup>, 张东彬<sup>2</sup>

(1. 河南省安阳市食品药品检验所, 河南 安阳 455000; 2. 郑州福瑞堂制药有限公司, 郑州 450001;  
3. 郑州豫密药业股份有限公司, 郑州 452392)

**[摘要]** 目的:探讨和提高腰痛片的质量标准进行。方法:采用 TLC 法鉴别方中补骨脂、赤芍;采用 HPLC 法测定方中绿原酸的含量。结果:定性鉴别中检出补骨脂、赤芍,且分离度好、专属性强,阴性对照无干扰。HPLC 测定绿原酸在 0.118 4 ~ 0.592 0 μg 有较好的线性关系,平均回收率为 99.94%,RSD 1.35%。结论:所建立的质量控制方法准确、可靠、专属性强,可以用于腰痛片的质量控制。

**[关键词]** 腰痛片;质量标准;高效液相色谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)17-0110-03

## Study on Quality Standards of Yaotong Tablets

ZHAO Jiang-hong<sup>1</sup>, GAO Chao-xu<sup>2</sup>, GUO Jian-gong<sup>3</sup>, ZHANG Dong-bin<sup>2</sup>

(1. Anyang Institute of Food and Drug Control, Anyang 455000, China;  
2. Zhengzhou Furuitang Pharmaceutical Co., LTD, Zhengzhou 450001, China;  
3. Zhengzhou Yumi Pharmacutical Co., LTD., Zhengzhou 452392, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study and revised the quality standards of yaotong tablets. **Method:** Psoralea Fructus and Paeoniae Radix Rubra were identified by thin layer chromatography (TLC). The content of chlorogenic acid was determined by High performance liquid chromatography (HPLC). **Result:** Psoralea Fructus and Paeoniae Radix Rubra were identified by thin layer chromatography (TLC). The characteristic identification was distinct and highly specific. chlorogenic acid was linear in the range of 0.118 4-0.592 0 μg. Average recovery was 99.94%, RSD was 1.35%. **Conclusion:** The quality control method is reliable, accurate and specific. It can be used for quality control of yaotong tablets.

**[Key words]** yaotong tablets; quality standards; HPLC

腰痛片是由杜仲叶(盐炒)、补骨脂(盐炒)、断续、当归、白术(炒)、牛膝、肉桂、乳香(制)、狗脊(制)、赤芍、泽泻、土鳖虫(酒炒)12味药材制成的中药成方制剂。参考《卫生部药品标准》(中药成方制剂)第5册<sup>[1]</sup>及2010年版《中国药典》等参考文献<sup>[2-5]</sup>,对该品种的质量标准进行了提高和完善。增加了补骨脂、赤芍的薄层色谱鉴别和杜仲叶中绿原酸的含量测定。

### 1 仪器与试药

EC2000型高效液相色谱仪:EC2000色谱工作站,P200II型高压恒流泵,UV200II紫外可变波长检测器(大连依利特科学仪器有限公司)。

腰痛片(郑州福瑞堂制药有限公司,批号101001,101002,101003),绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所,含量测定用,批号110753-200413),补骨脂对照药材(中国药品生物制品检定所,批号121056-200813),补骨脂素对照品(中国药品生物制品检定所,批号110739-200613),赤芍对照药材(中国药品生物制品检定所,批号121093-200402),芍药苷(中国药品生物制品检定所,批号

**[收稿日期]** 20110418(014)

**[第一作者]** 赵江红,硕士,副主任药师,从事中药新药研发、中成药生产技术和质检工作, Tel: 13837257865, E-mail: jh2005zhao@yahoo.com.cn

110736-200732)。

薄层硅胶预制板(5 cm × 20 cm, 青岛海洋化工厂), 乙腈为色谱纯, 甲醇、乙醇、甲苯、三氯甲烷、等均为分析纯, 纯净水为自制双蒸水。

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层鉴别

**2.1.1 补骨脂的 TLC 定性鉴别** 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加乙酸乙酯 20 mL, 超声处理 15 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙酸乙酯 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取补骨脂对照药材 0.5 g, 同法制成对照药材溶液。再取补骨脂素对照品, 加乙酸乙酯制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 氢氧化钾甲醇溶液, 置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

**2.1.2 赤芍的 TLC 定性鉴别** 取本品 20 片, 除去包衣, 研细, 加乙醇 25 mL, 振摇 5 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加乙醇 0.5 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取赤芍对照药材 0.2 g, 加乙醇 10 mL, 同法制成对照药材溶液。再取芍药苷对照品, 加甲醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法《中国药典》2010 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述 3 种溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-乙酸乙酯-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, 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

### 2.2 绿原酸的含量测定

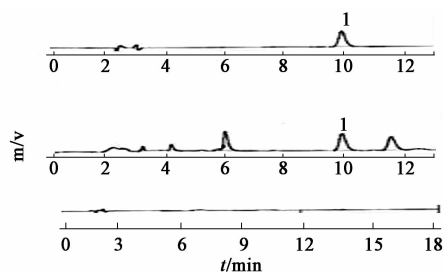
**2.2.1 绿原酸对照品溶液的制备** 取绿原酸对照品适量, 精密称定, 置棕色量瓶中, 加 50% 甲醇溶液制成每 1 mL 含绿原酸 60 μg 的溶液, 即得(10 °C 以下保存)。

**2.2.2 色谱条件**<sup>[2]</sup> Betasil C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 检测波长 327 nm, 流动相乙腈-0.4% 磷酸溶液(13:87), 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>, 进样量 5 μL。

**2.2.3 标准曲线的制备** 精密取绿原酸对照品溶液, 分别制成浓度为 23.68, 47.36, 71.04, 94.72,

118.4 mg·L<sup>-1</sup>, 分别精密吸取 5 μL, 按上述色谱条件进行测定, 测定峰面积。以峰面积 *Y* 为纵坐标, 绿原酸含量 *X* 为横坐标绘制标准曲线。计算回归方程为  $Y = 2143.1X + 2.079$  ( $r = 1.0000$ ), 表明绿原酸在 0.1184 ~ 0.5920 μg 之间有较好的线性关系。

**2.2.4 供试品溶液制备** 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 混匀, 取 1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25 mL, 称定质量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 50% 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 即得。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性样品; 1. 绿原酸

图 1 腰痛片 HPLC

**2.2.5 阴性试验** 按处方比例, 制得缺杜仲叶制剂, 按供试品制备项下方法制备阴性样品, 进行高效液相测定, 证明阴性无干扰。

**2.2.6 精密度试验** 取对照品溶液, 按 2.2.2 项下重复进样 5 次, 测定峰面积, 结果 RSD 0.44%, 表明仪器精密度良好。

**2.2.7 稳定性试验** 取供试品溶液, 分别在 0, 2, 4, 6, 8 h 进样, 按 2.2.2 项下测定峰面积, 结果 RSD 0.90%, 表明供试品溶液在 10 h 内稳定。

**2.2.8 重复性试验** 精密称定供试品 5 份, 按 2.2.4 项下方法制备供试品溶液, 测定含量, RSD 0.32%, 表明方法重复性良好。

**2.2.9 加样回收率试验** 取腰痛片 5 份, 每份 0.5 g, 精密称定, 加入适量对照品溶液, 按 2.2.4 项下的方法处理, 按 2.2.2 项下色谱方法测定, 得平均回收率 99.94%, RSD 1.35%, 结果如表 1。

表 1 腰痛片中绿原酸加样回收率测定

No.	取样量 /g	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD/%
1	0.500 8	0.905 5	0.913 0	1.806	98.63		
2	0.501 2	0.906 3	0.913 0	1.824	100.8		
3	0.523 3	0.946 2	0.913 0	1.872	101.4	99.94	1.35
4	0.517 5	0.935 7	0.913 0	1.834	98.39		
5	0.527 8	0.954 4	0.913 0	1.872	100.5		

# 水朝阳旋覆花中的 7 个倍半萜内酯

黄火强\*, 朴香兰, 闫美娜, 崔箭

(中央民族大学中国少数民族传统医学研究院中国少数民族传统医学教育部重点实验室, 北京 100081)

[摘要] 目的:研究水朝阳旋覆花 *Inula helianthus-aquatica* 花序中的化学成分。方法:运用正/反相硅胶柱色谱、Sephadex HL-20 凝胶色谱、HPLC 等色谱方法分离纯化化合物,利用 MS、NMR 等波谱学技术鉴定化合物结构。结果:从水朝阳旋覆花的花中分离鉴定出 7 个倍半萜内酯化合物:芳香堆心菊素(1),8-表-堆心菊内酯(2),水朝阳内酯(3),6-表-去乙酰基异薄菊灵(4),天名精内酯(5),2,3-二氢芳香堆心菊素(6),二氢锦菊素(7)。结论:化合物 1,2,4,5 为首次从该植物中分离得到。

[关键词] 水朝阳旋覆花; 倍半萜内酯; 结构鉴定

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011)17-0112-04

## Seven Sesquiterpene Lactones from Flower of *Inula helianthus-aquatica*

HUANG Huo-qiang\*, PIAO Xiang-lan, YAN Mei-na, CUI Jian

(Key Lab of Chinese Minority Traditional Medicine, Ministry of Education, Academe of Chinese Minority Traditional Medicine, Minzu University of China, Beijing 100081, China)

[收稿日期] 20110506(007)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(30973960/H2818)

[通讯作者] \* 黄火强, 博士, 助理研究员, 从事民族药物物质基础研究, Tel:010-68933254-805, 13691453450, E-mail: huanghuoqiang888@163.com

**2.2.10 样品含量测定及限度确定** 取 3 个批号的腰痛片, 2.2.4 项下的方法制备供试品溶液, 分别测定其含量, 结果分别为 0.676 5, 0.681 3, 0.599 3 mg/片。

根据测定结果, 拟定本品中含杜仲叶以绿原酸(C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>O<sub>9</sub>)计不低于 0.50 mg/片。

### 3 讨论

**3.1 补骨脂的 TLC 定性鉴别** 补骨脂中含有补骨脂素等香豆素类成分。本实验用乙酸乙酯超声处理制备供试品溶液、补骨脂素对照品溶液和补骨脂对照药材溶液。结果表明该鉴别方法专属性强, 阴性无干扰。

**3.2 赤芍的 TLC 定性鉴别** 本实验用乙醇提取制备供试品溶液、芍药苷对照品溶液和赤芍对照药材溶液。按实验方法操作, 显色后观察, 供试品色谱中, 在与对照品和对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。阴性对照色谱在与对照品和对照药材色谱相应的位置上, 不显相同颜色的斑点。试验结果表明该鉴别方法专属性强, 阴性无干扰。

**3.3 绿原酸的含量测定** 腰痛片原部颁标准中无含量测定项, 因杜仲叶具有与杜仲相似的温补肾阳的作用, 我们参考部分文献<sup>[2-5]</sup>, 通过实验建立了高效液相色谱法测定杜仲叶中绿原酸的含量, 并对该方法进行了方法学验证, 样品实测结果表明方法简单、可行, 但有待于发现更完善的含量测定方法。

### [参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂, 第 5 册 [S]. 1992:191.
- [2] 中国药典. 一部 [S]. 2010:154, 1190.
- [3] 张凤云, 毛富春. 杜仲叶中绿原酸的测定方法比较 [J]. 西北林学院学报, 1996, 11(6):54.
- [4] 许华. 杜仲不同部位绿原酸含量的比较 [J]. 安徽农业科学, 2007, 35(28):8787.
- [5] 兰小艳, 黄敏, 张学俊. 杜仲叶中绿原酸醇提法的工艺研究 [J]. 中国农学通报, 2009, 25(18):84.

[责任编辑 蔡仲德]