

瘀痛灵胶囊的质量标准研究

张加雄^{1*}, 杜建红², 范开华³

(1. 解放军第 42 医院医学工程科, 四川 夹江 614100; 2. 成都军区联勤部药检所, 成都 610013;
3. 成都军区总医院药剂科, 成都 610083)

[摘要] 目的: 建立瘀痛灵胶囊的质量标准。方法: 采用薄层色谱法对血竭、三七、当归进行定性鉴别; 采用高效液相色谱法测定血竭素的含量。结果: 定性鉴别特征斑点明显, 阴性对照无干扰。血竭素高氯酸盐在 0.252 ~ 1.260 μg 内线性关系良好 ($r=0.9994$), 平均回收率为 98.72%, RSD 1.65%。结论: 该方法简便可行, 可用于瘀痛灵胶囊的质量控制。

[关键词] 瘀痛灵胶囊; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 血竭素

[中图分类号] R [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)06-0108-03

Study on Quality Control of Yutongling Capsules

ZHANG Jia-xiong^{1*}, DU Jian-hong², FAN Kai-hua³

(1. Department of Medical Engineering, No. 42 Hospital of PLA, Jiajiang 614100, China;
2. Institute of Drug Control, Chengdu Military Command, Chengdu 610013, China;
3. Department of Pharmacy, Chengdu Command General Hospital, Chengdu 610083, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality control method for Yutongling Capsules. **Method:** Sanguis draconis, Radix Notoginseng, Radix Angelicae Sinensis in Yutongling Capsules were identified by TLC. Dracorhodin was determined by HPLC. **Result:** The characteristic identification by TLC was distinct and specific. Dracorhodin was linear in the range of 0.252 ~ 1.260 μg ($r=0.9994$), with a average recovery of 98.72% (RSD 1.65%). **Conclusion:** This method can be used to control the quality of Yutongling Capsules.

[Key words] Yutongling Capsules; quality control; TLC; HPLC; dracorhodin

瘀痛灵胶囊为解放军第 42 医院自制中药复方制剂, 由三七、血竭、当归等 5 味中药组成, 具有散瘀止血、消肿止痛之功效, 主要用于跌打损伤、瘀血肿痛的治疗。本文运用薄层色谱法对其中的三七、血竭、当归进行定性鉴别; 运用高效液相色谱法对其主要有效成分血竭素进行含量测定。该方法简便、准确、专属性强, 可用于瘀痛灵胶囊的质量控制。

1 仪器与试药

LC-10ATvp 高效液相色谱仪, 包括 SPD-10Avp 紫外检测器(日本岛津公司)。三七皂苷 R₁、人参皂

Rb₁、人参皂苷 Rg₁、血竭素高氯酸盐对照品及血竭、当归对照药材均由中国药品生物制品检定所提供(批号分别为 110745-200415, 110704-200420, 110703-200322, 110811-200203, 120906-200308, 120927-200613); 瘀痛灵胶囊(解放军第 42 医院自制, 制剂文号成制字(2006)F05006 号); 乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 定性鉴别

2.1.1 血竭的鉴别 取本品内容物 1 g, 加乙醚 30 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液作为供试品溶液; 另取缺血竭的阴性样品适量, 同法制得阴性对照溶液; 再取血竭对照药材 0.2 g, 同法制成对照药材溶液。吸取上述 3 种溶液各 10 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-甲烷(19:1)为展开剂, 展

[收稿日期] 20100106(007)

[通讯作者] * 张加雄, 硕士学位, 主管药师, 研究方向中药质量标准及物质基础研究; Tel: 13981318796, E-mail: bmfz@163.com

开,取出,晾干,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同的橙色斑点,阴性对照无干扰。

2.1.2 三七的鉴别 取本品内容物 1 g,加乙醚 30 mL,超声处理 20 min,滤过,取残渣,挥尽乙醚,加甲醇 30 mL,加热回流 30min,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水 10 mL,溶解,加水饱和的正丁醇提取 2 次,每次 15 mL,合并正丁醇液,用正丁醇饱和的水洗涤 2 次,每次 25 mL,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液;另取缺三七的阴性样品适量,同法制得阴性对照溶液;再取三七皂苷 R₁、人参皂 Rb₁、人参皂苷 Rg₁ 对照品,加甲醇制成每 1 mL 各含 0.5 mg 的混合溶液,作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液各 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10) 10 °C 以下放置过夜的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,于 105 °C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同紫褐色斑点;置紫外光灯(365 nm)下检视,显相同黄绿色的荧光斑点,阴性对照无干扰。

2.1.3 当归的鉴别 取本品内容物 1 g,加乙醚 30 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液挥干,残渣加无水乙醇 1 mL,溶解,作为供试品溶液;另取缺当归的阴性样品适量,同法制得阴性对照溶液;再取当归对照药材 0.5 g,同法制得对照药材溶液。吸取上述 3 种溶液各 10 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上,显相同亮蓝色的荧光斑点,阴性对照无干扰。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 Diamonsil™ C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm);流动相为乙腈-0.05 mol·L⁻¹磷酸二氢钠溶液(40:60);柱温 40 °C;检测波长 440 nm;流速 1 mL·min⁻¹;理论塔板数按血竭素峰计不低于 3 000;进样量 10 μL。在此色谱条件下对照品、供试品和阴性样品溶液的色谱图见图 1,在供试品色谱图中,与对照品色谱相应位置上有一相同保留时间的色谱峰,而阴性对照溶液在此保留时间无干扰。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取血竭素高氯酸盐对照品适量,用 5% 磷酸甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成 0.168 mg·mL⁻¹ 的溶液作为贮备液(每 1 mL 含血竭素 0.126 mg)。精密吸取此贮备液

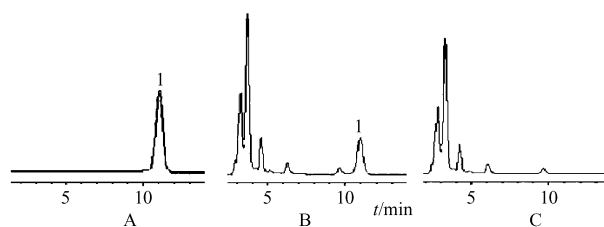


图 1 瘀痛灵胶囊高效液相色谱

A. 对照品; B. 样品; C. 阴性对照; 1. 血竭素。

2,4,6,8,10 mL 分别置 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取本品 20 粒,取内容物约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 3% 磷酸甲醇溶液 50 mL,密塞,称定质量,超声处理 20 min,放冷,用 3% 磷酸甲醇溶液补足减失的质量,摇匀,用微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.2.4 标准曲线的制备 取上述各浓度的对照品溶液 10 μL 依次进样,以相应峰面积 A 与进样量 M (μg)求得回归方程为 $A = 7.278 \times 10^5 M - 3.498 \times 10^3$, $r = 0.9994$ 。结果表明,血竭素在 0.252 ~ 1.260 μg 线性关系良好。

2.2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10 μL,重复进 5 次,其峰面积的 RSD 1.09%。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取对照品溶液 10 μL,分别于 0,2,4,6,8 h 各进样 1 次,其峰面积的 RSD 0.67%,表明对照品溶液在 8 h 内稳定。

2.2.7 重复性试验 取同一批样品 5 份,按 2.2.3 项下方法制备后,并按 2.2.9 项下方法测定含量, RSD 1.06%。

2.2.8 加样回收率试验 精密称取同批已知含量样品内容物约 0.5 g,分别加入 2.2.2 项下对照品贮备液 4 mL,按上述供试品溶液制备方法及色谱条件,制备加样回收供试品溶液并进行测定,计算加样回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收率试验

样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均值/%	RSD/%
0.542 6	0.5040	1.043	99.29		
0.548 8	0.504 0	1.035	96.47		
0.550 7	0.504 0	1.045	98.08	98.72	1.65
0.543 2	0.504 0	1.059	100.36		
0.551 2	0.504 0	1.048	97.56		
0.547 2	0.504 0	1.054	100.56		

2.2.9 样品含量测定 取 3 批样品,按 2.2.3 项下方法 & 色谱条件进行测定,以外标法计算含量,结果瘀痛灵胶囊 3 批样品血竭素的质量分数分别为 2.415, 2.389, 2.428 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

3 讨论

该制剂处方中血竭是主药,而且是贵重药材,根据中药新制剂研究有关指导原则^[1],测定其所含有效成分血竭素的含量对于控制瘀痛灵胶囊的质量具有重要意义。

血竭素质量 = 血竭素高氯酸盐质量 / 1.337^[2],因此,本实验配制血竭素高氯酸盐对照品贮备液浓度为 0.168 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$,折算成血竭素浓度即为 0.126 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

文献报道 HPLC 法^[2,4]测定血竭素的含量,流动

相多采用乙腈 - 0.05 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 磷酸二氢钠溶液,该实验确定比例为 40:60 时,峰形好,分离度最佳。

[参考文献]

- [1] 谢秀琼. 中药新制剂开发与应用[M]. 3 版. 北京:人民卫生出版社,2006:233.
- [2] 国家药典委员会. 中国药典[S]. 一部. 北京:化学工业出版社,2005:96.
- [3] 王杰,吴贵华,吕曙华. HPLC 法测定红花七厘散中血竭素高盐[J]. 中草药,2006,37(6):859.
- [4] 高剑峰,易以木,孙源源. 复方血竭软膏的质量标准研究[J]. 医药导报,2008,27(3):326.

[责任编辑 顾雪竹]

本刊欢迎网上投稿

《中国实验方剂学杂志》2010 年正式施行网上投稿,请登录本刊网站 [www. syfjxzz. com](http://www.syfjxzz.com) 注册会员,登陆采编系统之后按照提示在线投稿。本刊对网上来稿免收稿件处理费。编辑部对来稿有修改权。经审后,如录用,请按通知要求交纳论文发表费。(见本刊稿约 7 投稿及缴费)