

# 麝香接骨胶囊定性定量方法的研究

章 红\*, 袁桂平, 黄 东

(江西省食品药品检验所, 江西 南昌 330046)

**[摘要]** 目的: 建立麝香接骨胶囊的质量标准。方法: 采用气相色谱法鉴别麝香接骨胶囊中的麝香; 采用薄层色谱法鉴别该药中的三七、当归、川芎; 并采用 HPLC 法测定该药中芍药苷的含量。结果: 在气相色谱中能检出麝香, 阴性空白无干扰; 在 TLC 色谱中能检出三七、当归、川芎, 阴性空白无干扰。HPLC 法测定芍药苷的量在(0.141 6~ 1.416)  $\mu\text{g}$  范围内线性关系良好( $r = 0.999\ 98$ ), 平均回收率为 97.8%,  $\text{RSD} = 0.3\%$  ( $n = 5$ )。结论: 定性、定量方法简便, 准确, 重复性好, 能有效控制该制剂的质量。

**[关键词]** 麝香接骨胶囊; 气相色谱法; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 质量控制

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)09-0006-02

麝香接骨胶囊由赤芍、三七、当归、川芎、麝香等多味中药组成, 具有散瘀止痛, 续筋接骨之作用。用于跌打损伤, 筋伤骨折, 瘀血凝结, 闪腰岔气。为了更好地控制产品内在质量, 本文采用 GC 法对制剂中的麝香 TLC 法对三七、当归、川芎进行了定性鉴别, 采用 HPLC 法对制剂中芍药苷进行了定量测定。

## 1 仪器与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪, 二极管阵列检测器, Agilent 化学工作站。芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号: 0736-200014, 供含量测定用), 人参皂苷 Rg1、人参皂苷 Rb1、川芎对照药材、当归对照药材(中国药品生物制品检定所提供, 批号分别为: 110703-200322, 110704-200215, 120918-200507, 121098-200403 供鉴别用), 麝香接骨胶囊(江西药都仁和制药有限公司提供); 试剂: 乙腈为色谱纯, 水为三重蒸馏水, 其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 定性鉴别

**2.1.1 三七的薄层鉴别**<sup>[1,3]</sup> 取麝香接骨胶囊内容物 4.5 g, 加水饱和的正丁醇 30 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液用水洗涤 2 次, 每次 20 mL, 弃去水洗液, 正丁醇液蒸干, 残渣用乙醚浸泡 2 次, 每次 10 mL, 弃去乙醚液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取人参皂苷 Rb1、人参皂苷 Rg1

对照品, 加甲醇制成每 1 mL 各含 1 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。吸取上述两种溶液各 5  $\mu\text{L}$ , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15: 40: 22: 10) 10  $^{\circ}\text{C}$  以下放置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  $^{\circ}\text{C}$  加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点; 置紫外光灯(365 nm) 下检视, 显相同颜色的荧光斑点。按制备工艺制备缺三七的阴性对照样品, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液, 结果阴性无干扰。

**2.1.2 当归、川芎的薄层鉴别** 取麝香接骨胶囊内容物 2 g, 加乙醚 20 mL, 超声 20 min, 滤过, 滤液挥至约 1 mL, 作为供试品溶液。另取当归、川芎对照药材各 0.5 g, 同法制成对照药材溶液。吸取供试品溶液 5  $\mu\text{L}$ 、对照药材溶液 2  $\mu\text{L}$ , 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-醋酸乙酯(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的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。按制备工艺制备缺当归、川芎的阴性对照样品, 按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液, 结果阴性无干扰。

**2.1.3 麝香的气相色谱鉴别**<sup>[1]</sup> 取麝香接骨胶囊内容物 3 g, 置 250 mL 平底烧瓶中, 加水 150 mL, 连接挥发油测定器, 自测定器上端加水使充满刻度部分, 并溢流入烧瓶为止, 再加乙酸乙酯 2 mL, 连接回流冷凝管, 加热回流 40 min, 分取醋酸乙酯层, 作为供试品溶液。另取麝香酮对照品, 加乙酸乙酯制成

[收稿日期] 2006-12-04

[通讯作者] \* 章红, Tel: (0791) 6226452

每1 mL含50 μg的溶液,作为对照品溶液。照气相色谱法试验,以SE-30为固定液,涂布浓度为5%(柱长30米,内径0.32 mm,膜厚度0.25 μm),程序升温,最初柱温为150 °C,保持18 min,再以15 °C·min<sup>-1</sup>的升温速率升至220 °C,保持10 min。分别取对照品溶液和供试品溶液各1 μL,注入气相色谱仪。供试品呈现与对照品保留时间一致的色谱峰。按制备工艺制备缺麝香的阴性对照样品,按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液,结果阴性无干扰。

## 2.2 芍药苷的HPLC含量测定<sup>[2]</sup>

**2.2.1 色谱条件与系统适应性试验** Phenomenex C<sub>18</sub>色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-水(11:89),流速:1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长为230 nm,理论板数按芍药苷峰计算应不低于2 000。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取芍药苷对照品适量,加甲醇制成每1 mL含25 μg的溶液,即得。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 取胶囊内容物研细,取约0.5 g,精密称定,精密加50%甲醇25 mL,称定重量,加热回流20 min,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液用0.45 μm滤膜滤过,即得。

**2.2.4 阴性对照试验** 按制备工艺制备缺赤芍的阴性对照样品,按供试品溶液制备方法制得阴性对照溶液,按上述色谱条件测定,结果在对照品芍药苷峰的出峰位置无吸收峰,证明其它药材对芍药苷峰无干扰。

**2.2.5 线性关系的考察** 精密吸取浓度为0.070 8 mg/mL的芍药苷对照品溶液4, 8, 12, 16, 20 μL,分别注入液相色谱仪,测定峰面积。以峰面积为纵坐标,对照品的量(μg)为横坐标,绘制标准曲线,计算得回归方程:  $Y = 1.26 \times 10^3 X - 1.81$ ,  $r = 0.999 98$ 。结果表明:芍药苷在(0.142~1.42) μg范围内具有良好的线性关系。

**2.2.6 精密度试验** 精密吸取芍药苷对照品溶液(0.070 8 mg·mL<sup>-1</sup>) 10 μL,进样测定5次,结果峰面积RSD为0.3%。

**2.2.7 重复性试验** 取同批号的样品,平行制备5份,照含量测定方法测定,结果芍药苷平均含量为0.36 mg/粒,RSD为0.7%。

**2.2.8 稳定性试验** 取供试品溶液于0, 2, 4, 8, 12,

24 h进样测定,结果在24 h内样品溶液稳定,RSD为0.6%。

**2.2.9 回收率试验** 精密称定已知含量的同批号样品5份,每份约0.25 g,分别精密加入芍药苷对照品,采用加样回收试验,依法测定,结果平均回收率为97.8%,RSD=0.3%。

**2.2.10 样品的测定** 取本品3批,照上述条件和他方法测定,测得结果见表1。

表1 样品测定结果

| 批号     | 芍药苷含量(mg/粒) | RSD(%) |
|--------|-------------|--------|
| 050511 | 0.35        | 0.7    |
| 050512 | 0.34        | 0.9    |
| 050513 | 0.36        | 1.0    |

## 3 讨论

本品处方成分复杂,定性鉴别干扰因素多。本文针对各药味所含主要成分的理化性质,采用不同的样品前处理方法进行提取、分离、纯化,考察了多种的展开剂,TLC结果可鉴别出三七、当归、川芎,专属性强,斑点清晰,阴性对照无干扰。

采用HPLC法对制剂中赤芍主要有效活性成分——芍药苷进行定量测定,在试验中进行了供试品溶液的提取方法、提取溶剂、回流提取时间的考察,由于本品赤芍药材经水煎煮提取制成胶囊,因此制备供试品溶液时仅为从胶囊中分散、溶解芍药苷的过程,因超声提取法有时不稳定,故采取回流提取方法。芍药苷为水溶性成分,中国药典有关芍药苷含量中采用的溶剂为甲醇、乙醇,为此,考察了稀乙醇、甲醇-水、50%甲醇的提取情况,50%甲醇提取率较高,提取杂质较少,故选择50%甲醇作为提取溶剂。通过回流提取时间的考察,确定回流20 min基本提取完全。

## [参考文献]

- [1] 柯铭清. 中草药有效成分理化与药理特性[M]. 长沙:湖南科学技术出版社,1979. 196, 187.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部,北京:化学工业出版社,2005. 109.
- [3] 郑占虎,董泽宏,余靖,等. 中药现代研究与应用[M]. 第四卷,北京:学苑出版社,1998. 638.