

# 健骨蠲痛胶囊质量标准的研究

阎向东, 裴林\*, 李延昌

(河北省中医药研究院, 河北 石家庄 050031)

[摘要] 目的: 制定健骨蠲痛胶囊的简便快捷的质量标准。方法: 采用薄层色谱法(TLC), 在同一块薄层板上鉴别健骨蠲痛胶囊中的白芍和土茯苓, 在另一块薄层板上鉴别青风藤。用高效液相色谱法(HPLC)测定制剂中芍药苷的含量。结果: 通过方法学考察, 芍药苷的进样量在 0.01~5.0 μg 范围内, 呈良好的线性关系。芍药苷的平均回收率为 98.6% (n=9), RSD=1.0%。结论: 所用 TLC 和 HPLC 方法简便、准确、重现性好、精密度高。可用于健骨蠲痛胶囊质量控制。

[关键词] 健骨蠲痛胶囊; 白芍; 土茯苓; 青风藤; 芍药苷; 高效液相色谱法; 薄层色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2007)02-0004-03

## Study on Quality Standards for Jiangu Juantong Capsules

YAN Xiang-dong, PEI Lin\*, LI Yan-chang

(Hebei Provincial Research Institute for Chinese Medicine, Shijiazhuang 050031, China)

[Abstract] **Objective:** To establish a simple quality standards for Jiangu Juantong Capsules. **Method:** *Radix Paeoniae Alba* and *Rhizoma Smilacis* in Jiangu Juantong Capsules were identified by TLC at a same thin-layer chromatographic plate and *Caulis Sinomenii* at another plate. The content of paeoniflorin in preparation was determined by HPLC. **Results:** The methodological study showed that a good linear correlation existed in the range of 0.01-5.0 μg of paeoniflorin. The average recovery of paeoniflorin was 98.6% (n=9) and RSD was 1.0%. **Conclusion:** This method is simple, accurate and with good repeat ability and precision. The method can be used for quality control Jiangu Juantong Capsules.

[Key words] Jiangu Juantong Capsules; *Radix Paeoniae Alba*; *Rhizoma Smilacis*; *Caulis Sinomenii*; paeoniflorin; HPLC; TLC

健骨蠲痛胶囊为我院医院制剂, 由天麻、土茯苓、青风藤、制天南星、全蝎、白芍、薏苡仁、骨碎补、雷公藤等 9 味中药组成, 具健骨蠲痛, 健脾化湿之功能, 用于类风湿性关节炎、骨质增生和股骨头坏死等。作为医院制剂, 在临床上已应用多年, 深受患者的欢迎。为更好地控制其内在质量, 对其薄层鉴别和含量测定方法进行了研究, 采用薄层色谱法鉴别了白芍、土茯苓和青风藤, 用高效液相色谱法测定了

制剂中芍药苷的含量。

### 1 材料、仪器与试剂

**1.1 材料** 健骨蠲痛胶囊(批号: 040815, 050108, 050118)和处方中的各药材由河北省中医药研究院制剂室提供; 对照药材白芍(批号: 120905-200106), 青风藤(批号: 121251-0301), 对照品芍药苷(批号: 0736-9912)购自中国药品生物制品检定所; 土茯苓为百合科植物光叶菝葜 *Smilax glabra* Roxb. 干燥根茎(由河北省中医药研究院主任药师李延昌鉴定); 硅胶 G 由青岛海洋化工厂生产。

**1.2 仪器** 岛津 LC-2010 高效液相色谱仪。

**1.3 试剂与试药** 流动相所用的试剂为色谱纯, 其它试剂、试药均为分析纯。

[收稿日期] 2006-07-20

[基金项目] 河北省中医药科研基金(2004023)

[通讯作者] \* 裴林, Tel: (0311) 85055769; E-mail: peilin148@163.com

## 2 薄层鉴别方法与结果

**2.1 白芍与土茯苓** 取胶囊内容物 4 g, 加甲醇 20 mL, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取白芍与土茯苓药材各 1 g, 加甲醇 4 mL, 超声处理 10 min, 上清液作为对照药材溶液。再分别取空白样品(不含白芍或土茯苓的样品)照供试品溶液的制备方法, 制备各自的空白样品溶液。吸取上述 5 种溶液各 5  $\mu$ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(12: 2: 1: 0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 的香草醛硫酸溶液-乙醇(1: 6)的混合溶液, 热风吹至斑点显色清晰, 随即观察, 供试品色谱中, 在与土茯苓和白芍对照药材色谱相应的位置上, 分别显相同颜色的主斑点, 空白样品无干扰。

**2.2 青风藤** 取青风藤对照药材 0.5 g, 加甲醇 4 mL, 超声处理 10 min, 上清液作为对照药材溶液。再取空白样品(不含青风藤的样品)照 2.1 供试品溶液的制备方法, 制空白样品溶液。吸取 2.1 项下的供试品溶液、对照药材溶液和空白样品溶液各 5  $\mu$ L, 分别点于同以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(7: 3: 1: 1)为展开剂展开, 取出, 晾干, 喷以改良的碘化铋钾试液, 供试品色谱中, 在与青风藤对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点, 空白样品无干扰。

## 3 芍药苷的含量测定方法与结果

**3.1 色谱条件** 色谱柱: VP-ODS150L  $\times$  4.6; 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸溶液(11.5: 88.5); 检测波长: 230 nm; 柱温: 室温; 流速: 1.0 mL/min; 理论塔板数: 以芍药苷峰计算不低于 2 000。

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取芍药苷适量, 用 50% 甲醇制成每 1 mL 含 0.025 mg 的溶液, 即得。

**3.3 供试品溶液的制备** 取胶囊内容物 0.2 g, 精密称定, 置具塞三角瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 30 min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 用微孔滤膜(0.45  $\mu$ m)滤过, 取续滤液, 即得。

**3.4 样品超声时间的确定** 样品中的白芍一半是煮提加入, 一半是原粉加入, 所以以 20、30、40 min, 进行了超声时间的考查, 结果表明: 30 min 即超声为均一的溶液, 所以将超声处理时间确定为 30 min。

**3.5 线性关系** 精密称取芍药苷对照品适量, 按对

照品溶液的制备项下, 用甲醇制成不同浓度的对照品溶液, 取其一定量, 注入色谱仪, 测其峰面积。以进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 结果表明: 芍药苷的进样量在 0.01~ 5.0  $\mu$ g 范围内与峰面积呈良好的线性关系。芍药苷的回归方程为:  $Y = 1.29 \times 10^6 X - 8.04 \times 10^3$ ,  $r = 0.99999$ 。

**3.6 精密度试验** 取浓度为 0.025 mg/mL 的芍药苷对照品溶液与相应的供试品溶液, 各进样 5 次, 每次 10  $\mu$ L, 芍药苷对照品溶液 5 次测定的峰面积 RSD 为 0.46%; 供试品中芍药苷的 RSD= 0.25%; 说明仪器精密度良好。

**3.7 稳定性试验** 取精密度试验项下的供试品溶液, 分别于 0, 4, 8, 12, 24 h 进样测定, 考察了 24 h 内的稳定性, 供试品中的芍药苷的含量 RSD= 0.88%。说明供试品在 24 h 内稳定。

**3.8 重复性试验** 取同一批样品 9 份, 按供试品制备及色谱条件项下, 进行提取, 制备, 测定。结果表明, 供试品中芍药苷的含量 RSD= 1.4%。说明方法重复性良好。

**3.9 回收率试验** 采用加样回收试验, 取已知含量的同一批样品 9 份, 加入高、中、低 3 个剂量的对照品, 按供试品测定项下, 进行提取, 制备, 测定, 计算回收率。芍药苷的平均回收率为 98.6% ( $n = 9$ ), RSD= 1.0% (见表 1)。

表 1 芍药苷的回收率试验结果

取样量 (g)	样品中含 量(mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
0.1005	0.239	0.144	0.380	97.9		
0.1003	0.239	0.144	0.379	97.2		
0.1013	0.241	0.144	0.384	99.3		
0.1015	0.242	0.240	0.480	99.2		
0.1002	0.238	0.240	0.478	100.0	98.6	1.0
0.1029	0.245	0.240	0.483	99.2		
0.1018	0.242	0.336	0.568	97.0		
0.1028	0.245	0.336	0.576	98.5		
0.1038	0.247	0.336	0.580	99.1		

**3.10 空白试验** 取对照品溶液、供试品溶液与空白溶液(处方中不加白芍的样品), 分别采用上述色谱条件, 进行色谱测定。样品与对照品在同一保留时间有相同的色谱峰出现, 而空白溶液则无相应的峰, 证明空白样品不干扰测定, 含量测定专属(见图 1~ 3)。

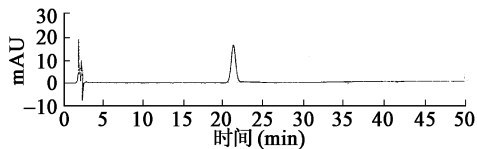


图1 芍药苷对照品 HPLC 图

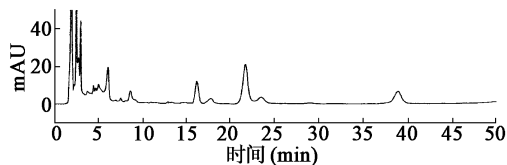


图2 健骨调痛胶囊样品 HPLC 图

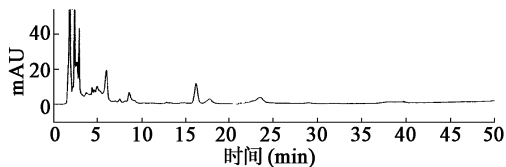


图3 健骨调痛胶囊阴性样品 HPLC 图

**3.11 样品的测定** 取供试品,按供试品溶液制备及色谱条件项下进行提取,制备,测定,以外标一点法计算含量(结果见表2)。

表2 样品含量测定结果

批号	芍药苷含量(mg/粒)
040815	1.071
050108	1.082
050118	1.068

#### 4 讨论

土茯苓为历版药典收载的品种,只有性状和显微鉴别,无薄层鉴别项目。本研究首次报道了土茯苓特征性的橙红色斑点。且方法简便,斑点清晰,但橙红色斑点不稳定,时间长久后,易消退。所以规定显色后,随即观察。

#### [参考文献]

- [1] 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,2000. 附录31.
- [2] 苏强,倪艳,王瑞明,等. 去斑洁颜胶囊薄层和黄芩苷的含量测定[J]. 中成药,2003,25(1):30-32.