



玄膝荣筋散质量标准研究

胡丹, 刘春光, 曹红, 张贵英, 马紫辉, 郑明明

Study on quality standard for Xuanxi Rongjin powder

HU Dan, LIU Chunguang, CAO Hong, ZHANG Guiying, MA Zihui, ZHENG Mingming

在线阅读 View online: <http://yxsj.smmu.edu.cn/cn/article/doi/10.12206/j.issn.1006-0111.202109078>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

舒肝和胃丸质量标准研究

Quality standard for Shugan Hewei pills

药学实践杂志. 2019, 37(6): 532-536 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2019.06.012

复方颠茄合剂质量标准研究

Study on quality standard of Compound Belladonna Mixture

药学实践杂志. 2017, 35(3): 256-258 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.03.015

咳喘六味合剂质量标准提高研究

Study on improvement of quality standard for Kechuan Liuwei oral liquid

药学实践杂志. 2019, 37(1): 55-58,85 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2019.01.013

三藤口服液的质量标准研究

Research on quality standard of Santeng oral solution

药学实践杂志. 2017, 35(4): 350-352,384 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.04.015

康咳灵合剂质量标准研究

Quality standards for Kangkeling mixture

药学实践杂志. 2017, 35(6): 539-542 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2017.06.014

百部止咳糖浆的质量标准研究

Study on quality standard of Baibu Zhike syrup

药学实践杂志. 2018, 36(1): 71-74 DOI: 10.3969/j.issn.1006-0111.2018.01.015



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

· 研究报告 ·

玄膝荣筋散质量标准研究

胡丹¹, 刘春光², 曹红¹, 张贵英¹, 马紫辉¹, 郑明明³ (1. 中国人民解放军联勤保障部队药品仪器监督检验总站, 北京 100166; 2. 武警北京市总队医院药剂科, 北京 100027; 3. 内蒙古医科大学药学院, 内蒙古 呼和浩特 100059)

[摘要] 目的 修订玄膝荣筋散的定性和定量测定方法。方法 采用薄层色谱(TLC)法对川芎、穿山龙进行定性鉴别, HPLC法测定制剂中桂皮醛的含量。采用 KR100-5C₁₈ 色谱柱(250mm×4.6mm, 5 μ m), 流动相为乙腈-水(35:65), 检测波长为 290 nm。结果 TLC法能定性鉴别川芎、穿山龙。桂皮醛在 0.0489~0.3260 μ g/ml 范围内线性关系良好($r=1.00$)。平均加样回收率为 95.71%(RSD=1.78%)。结论 该法灵敏度高、专属性好、操作简便、重现性好。

[关键词] 玄膝荣筋散; 质量标准; 高效液相色谱法; 薄层色谱; 桂皮醛

[中图分类号] R284 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2022)04-0347-03

[DOI] 10.12206/j.issn.1006-0111.202109078

Study on quality standard for Xuanxi Rongjin powder

HU Dan¹, LIU Chunguang², CAO Hong¹, ZHANG Guiying¹, MA Zihui¹, ZHENG Mingming³ (1. General Station for Drug and Instrument Supervision and Control, Joint Logistics Support Force of the PLA, Beijing 100166, China; 2. Beijing Corps Hospital of the PLA, Beijing 100027, China; 3. School of Pharmacy, Inner Mongolia Medical University, Hohhot 100059, China)

[Abstract] **Objective** To revise the qualitative and quantitative determination methods of Xuanxi Rongjin powder. **Methods** TLC was used to qualitatively identify Chuanxiong and Chuanshanlong. The content of cinnamaldehyde in the preparation was determined by HPLC with KR100-5C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μ m). The mobile phase was acetonitrile-water (35:65) and the detection wavelength was 290 nm. **Results** TLC can qualitatively identify Chuanxiong and Chuanshanlong. Cinnamaldehyde has a good linear relationship in the range of 0.0489~0.3260 μ g/ml ($r=1.00$). The average recovery was 95.71% (RSD=1.78%). **Conclusion** The method has high sensitivity, good specificity, simple operation and good reproducibility.

[Key words] Xuanxi Rongjin powder; quality standard; HPLC; TLC; cinnamaldehyde

玄膝荣筋散是由蚂蚁、青风藤、老鹤草、川芎、全蝎、重楼等十三味中药组成的复方制剂, 其中黄芪为君药, 白术、桂枝为臣药, 具有滋补肝肾, 养肝荣筋, 消热利湿, 祛风止痛。用于早、中、晚期风湿、寒型类风湿性关节炎。由于该标准中仅包含一个川芎薄层色谱鉴别和蚂蚁、黄芪的显微鉴别, 且无定量测定方法, 不能全面控制制剂质量。根据全军医疗机构制剂标准提高课题要求, 在原有质量标准基础上, 增加了川芎、穿山龙的薄层鉴别, 同时采用高效液相色谱法, 测定玄膝荣筋散中所含桂皮醛的含量, 该法灵敏度高、专属性好、操作简便、重现性好。

[基金项目] 全军医疗机构制剂标准提高重点课题(13ZJZ16)

[作者简介] 胡丹, 硕士, 副主任药师, 研究方向: 中药质量标准提高的研究, Email: hudan1006@sina.com

[通信作者] 刘春光, 硕士, 主管药师, 研究方向: 医院药学和合理用药, Email: Lcguang2015@163.com

1 仪器与试剂

1.1 仪器

LC-20AD 岛津高效液相色谱仪(日本); 紫外检测器。

1.2 试剂

玄膝荣筋散(批号: 140601、131226、140701, 规格: 250g/袋), 由南京政治学院门诊部提供; 桂皮醛(对照品, 批号: 110710-201418, 中国食品药品检定研究院); 乙腈为色谱纯, 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

2.1.1 川芎^[1]

取本品 5 g, 加乙醚 20 ml, 超声处理 15 min, 滤过, 滤液低温挥去乙醚, 残渣加乙酸乙酯 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。取川芎对照药材 0.5 g, 同法

制成对照药材溶液。取缺川芎的阴性样品,同法制备阴性对照液。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的位置上显相同颜色的斑点,阴性试验样品未见干扰,见图1。

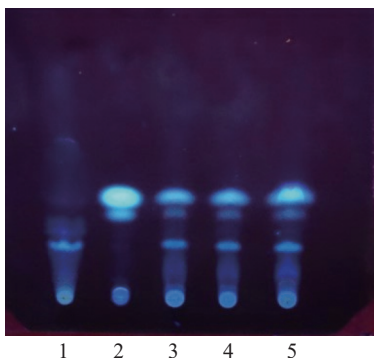


图1 川芎薄层色谱图

1. 阴性对照品; 2. 川芎对照品; 3. ~ 5. 三批样品

2.1.2 穿山龙^[1]

取本品粉末15 g,加甲醇50 ml,加热回流1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1 ml使溶解,作为供试品溶液。另取穿山龙对照药材0.5 g,加甲醇25 ml,同法制成对照药材溶液。取缺穿山龙的阴性样品,同法制备阴性对照液。吸取上述3种溶液各5 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,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斑点,阴性试验样品未见干扰,见图2。

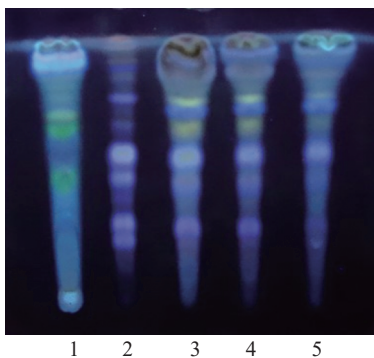


图2 穿山龙薄层色谱图

1. 阴性对照品; 2. 穿山龙对照品; 3. ~ 5. 三批样品

2.2 含量测定^[2-8]

2.2.1 色谱条件

色谱柱: KR100-5C₁₈ (250mm×4.6mm; 5μm,

E14878); 流动相: 乙腈-水(35:65); 流速: 1.0 ml/min; 检测波长 290 nm; 进样体积: 10 μl。在此条件下, 样品中桂皮醛与基线达到良好分离, 见图3。

2.2.2 对照品溶液的制备

取桂皮醛对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1 ml 含桂皮醛15 μg 的溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备

取样品(过四号筛)粉末约1 g, 精密称定, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入80%乙醇25 ml, 称定重量, 超声处理(功率250 W, 频率40 kHz)20 min, 放冷, 再称定重量, 用80%乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备

按处方量制备缺桂枝的阴性样品, 按供试品溶液方法制备阴性对照溶液。

2.2.5 专属性试验

取对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液, 按“2.2.1”项下色谱条件进样分析, 阴性对照液中色谱峰对测定无干扰(见图3)。

2.2.6 线性关系考察

取桂皮醛对照品适量, 加甲醇溶解并制成每1 ml 含0.0326 mg 溶液, 作为对照品溶液5, 将溶液5 分别稀释为0.00489、0.008150、0.0163、0.02445 mg/ml 四种浓度, 作为对照品溶液1~4。精密吸取上述对照品溶液1~5 各10 μl, 注入液相色谱仪, 按“2.2.1”项下色谱条件测定峰面积, 以进样量(X)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程为: $Y=10181123.15X+6639.54$, $r=1.00$, 结果表明: 桂皮醛在0.0489~0.3260 μg/ml 范围内有良好的线性关系。

2.2.7 精密度试验

精密吸取“2.2.3”项下供试品溶液, 在上述色谱条件下, 连续进样6次。结果峰面积的RSD为1.07%($n=6$), 表明仪器精密度良好。

2.2.8 重复性试验

取同一批号的玄膝荣筋散(批号140601)按“2.2.3”项下制备方法平行制备6份供试品溶液, 按上述色谱条件, 测得桂皮醛峰面积RSD为1.12%, 结果表明此法重复性良好。

2.2.9 稳定性试验

取同一批号的玄膝荣筋散(批号140601)样品, 精密称定, 照上述含量测定方法, 精密吸取10 μl, 分别在0、2、4、8、12、24 h 进样, 测定一次。结果桂皮醛峰面积的RSD为0.95%, 表明供试品溶液在24 h 内稳定性良好。

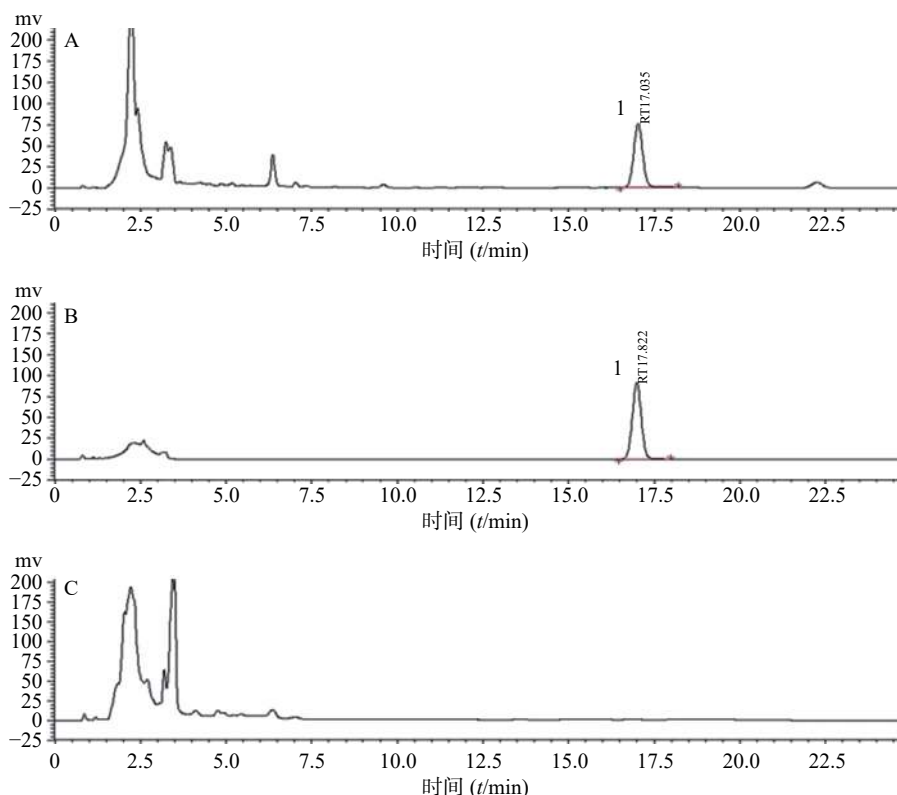


图3 专属性试验 HPLC 图谱

A. 供试品溶液; B. 对照品溶液; C. 阴性对照溶液; 1. 桂皮醛

2.2.10 加样回收率试验

取同一批号的玄膝荣筋散(批号 140601)0.5 g, 精密称定, 分别精密加入桂皮醛(0.008 15 mg/ml)对照品溶液 25 ml, 按“2.2.3”项下制备方法平行制备 6 份供试品溶液, 按“2.2.1”项下色谱条件测定, 结果见表 1。

表 1 桂皮醛加样回收率试验测定结果

称样量 (g)	相当桂皮醛量 (mg)	加入量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.5078	0.1737	0.2038	0.3717	97.15		
0.5045	0.1725	0.2038	0.3708	97.30		
0.5064	0.1732	0.2038	0.3644	93.82	95.69	1.78
0.5018	0.1716	0.2038	0.3637	94.26		
0.5051	0.1727	0.2038	0.3650	94.36		
0.5006	0.1712	0.2038	0.3694	97.25		

2.2.11 含量测定

取 3 批样品, 按上述供试品溶液制备方法处理, 进样, 计算桂皮醛的含量, 见表 2。

3 讨论

3.1 检测波长的选择

桂皮醛为桂枝药材的主成分, 经紫外吸收光谱

表 2 玄膝荣筋散中桂皮醛含量测定结果 (n=3)

批号	含量(mg/g)
140601	0.3422
140701	0.3121
131226	0.2945

扫描(200~400 nm), 在 291 nm 处有最大吸收, 故确定检测波长为 290 nm。

3.2 提取方法及溶剂选择

参照 2020 版《中国药典》^[1] 中桂皮醛含量测定的方法, 分别取样品 2.025 1、1.053 0、0.516 9 g, 加入不同浓度的乙醇、甲醇等, 超声处理 20、30、40 min, 按照正文的含量测定项下方法进行测定。结果表明, 最终选择取样量为 1g, 选用 80% 乙醇为溶剂, 在超声 30 min 后提取较完全。

3.3 薄层色谱及耐用性条件考察

建立该制剂中川芎、穿山龙的薄层色谱鉴别方法, 拟增加黄芪、甘草的薄层实验中, 因存在阴性试验样品有干扰的问题, 故未列入正文。对 TLC 方法, 分别从温度(10 °C 和 35 °C)、相对湿度(42% 和 88%)以及不同硅胶板(国产和进口)等方面进行考察。在各试验条件下, 鉴别结果不受温

(下转第 363 页)