

# 骨仙片质量标准研究

★ 杨军 蔡松涛 罗杰 李兰芳 (广州白云山和记黄埔中药有限公司 广州 510515)

**摘要:**目的:更好地控制骨仙片的质量。方法:采用薄层色谱法对处方中的仙茅、枸杞和粉防己进行定性鉴别;采用比色法对处方中总黄酮含量进行定量测定。结果:薄层色谱特征斑点明显,比色法测总黄酮含量测定方法可行。结论:该方法可较好地控制产品质量。

**关键词:**骨仙片;芦丁;比色法

**中图分类号:**R 284.1 **文献标识码:**B

骨仙片为部颁品种,由骨碎补、熟地黄、女贞子、菟丝子、牛膝、黑豆、仙茅、枸杞和粉防己等九味药材制成,具有滋补肝肾、强筋壮骨、舒筋活络、祛湿止痛等功能,主要用于因骨质增生引起的疾病。原质量标准里只对黑豆进行薄层鉴别,要求较低。现增加了仙茅、枸杞和粉防己的薄层鉴别,并增加了比色法测总黄酮含量测定。

## 1 试验条件

芦丁对照品:中国药品生物制品检定所,批号 0080-9705,含量测定用。分光光度计:岛津 UV-1700。检测波长:500 nm<sup>[1]</sup>。其它试剂为分析纯,水为蒸馏水。骨仙片由广州白云山和记黄埔种药有限公司提供。

## 2 原料药的定性鉴别

**2.1 仙茅的鉴别** 取本品 20 片,除去包衣,研细,加乙醇 150 mL,加热回流 30 分钟,滤过,取滤液 70 mL,蒸干,残渣加 5% 碳酸氢钠溶液 25 mL 使溶解,置分液漏斗中,用氯仿提取 2 次,每次 20 mL,合并氯仿提取液,用水洗涤 2 次,每次 10 mL,取氯仿液,加无水硫酸钠脱水,滤过,滤液浓缩至适量,作为供试品溶液;另取仙茅对照药材 1 g,加乙醇 20 mL,回流 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取供试品溶液与对照药材溶液各 5  $\mu$ L 点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-醋酸乙酯-甲酸(12:3:0.5)展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色,在供试品色谱上,在对照药材色谱相应的位置上,显相同的紫色斑点。Rf=0.4。

**2.2 枸杞的鉴别** 取枸杞对照药材 2 g,加水 40 mL 煮 15 分钟,滤过,合并提取液,用醋酸乙酯提取二次,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取对照药材溶液和 2.1 项下供试品溶液各 5  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-氯仿-甲酸(3:2:1)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,显相同的蓝色荧光斑点。Rf=0.889。

**2.3 粉防己的鉴别** 取本品 30 片,除去包衣,研细,加适量氨水使湿润,放置半小时,加氯仿 50 mL 回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿 1 mL 使溶解,作为供试品溶液;取粉防己碱对照品适量,加氯仿制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取供试品溶液 10  $\mu$ L 与对照药材溶液 4  $\mu$ L,分别点于同一含 1%NaOH 的羧甲基纤维素钠硅胶 G 薄层板上,以氯仿-丙酮-甲醇(6:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的褐色斑点。Rf=0.625。

## 3 总黄酮含量测定

**3.1 线性考察** 分别精密吸取芦丁对照品溶液(浓度为 0.210 3 mg/mL)1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL,依法测定<sup>[1]</sup>,以吸收度为纵坐标、浓度为横坐标,绘制标准曲线,结果表明,芦丁在 0.008 412~0.042 06 mg/mL 的范围内,其吸收度与浓度呈良好的线性关系, $y = 12.185x - 0.0007$ , $r = 1.000$ 。

**3.2 精密度试验** 分别精密吸取芦丁对照品溶液(浓度为 0.210 3 mg/mL)5.0 mL,一式 5 份,依法测定吸收度, $RSD = 1.1\%$ 。

**3.3 稳定性试验** 取同一供试品溶液,每隔 20 分钟测定 1 次,连续 5 次,测定吸收值, $RSD = 1.9\%$ 。结果表明:样品在 1.5 小时内稳定,符合要求。

**3.4 重复性试验** 取同批骨仙片按含量测定项下制备供试液并测定,一式 5 份,测得平均值为 1.32%, $RSD = 2.9\%$ 。

**3.5 回收率试验** 取已知芦丁含量(13.2 mg/g)的骨仙片约 0.5 g,精密称定,精密加入等量的芦丁对照品,按上述供试品的制备方法制备并测定,一式 5 份,结果见表 1。结果表明:本方法芦丁平均回收

# 健肾胶囊中黄芪甲苷的含量测定

★ 杨志华 陈德梅 张灼锐 郑耀东 (广东省汕头市皮肤性病防治院 汕头 515000)

**摘要:**目的:建立健肾胶囊中黄芪甲苷的含量测定方法。方法:采用薄层扫描法,硅胶 G 为薄层板材料,氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)在 10℃ 以下放置的下层为展开剂,以 10% 硫酸乙醇溶液为显色剂。结果:黄芪甲苷在 0.54~4.32 μg 范围内呈现良好的线性关系。平均回收率为 97.30%,RSD 为 1.40%。结论:方法准确、可靠,可用于健肾胶囊中黄芪甲苷的含量测定。

**关键词:**健肾胶囊;黄芪甲苷;薄层扫描法

**中图分类号:**TQ 460.7+2 **文献标识码:**A

健肾胶囊由黄芪、苍术、山药、当归等药物组成,具有滋肾凉血,利湿解毒的功效。方中黄芪为君药,黄芪甲苷为黄芪中主要成分之一<sup>[1~5]</sup>,制剂中成分复杂,为控制本品的内在质量,本文采用薄层扫描法测定黄芪中黄芪甲苷的含量,为制剂的质量保证奠定了基础。

## 1 仪器与材料

1.1 仪器 瑞士 CAMAG Scanner III 薄层色谱扫描仪;瑞士 CAMAG Automatic TLC Sampler 4 全自动点样仪;薄层数码成像系统;瑞士 CAMAG APC 薄层自动展开仪;BP211D 电子分析天平(Sartorius-德国);PBQ-II 型薄层铺板仪(重庆南岸新力实验电器厂)。

1.2 材料 健肾胶囊及所用药材均由广东某药厂提供,黄芪甲苷对照品由中国药品生物制品检定所提供;硅胶 G(薄层色谱用,青岛海洋化工厂生产);试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

率为 99.04%,符合规定。

表 1 芦丁回收率试验结果

| 编号 | 取样量/g  | 芦丁含量/mg | 芦丁加入量/mg | 测得芦丁总量/mg | 回收率(%) | 平均回收率(%) | RSD(%) |
|----|--------|---------|----------|-----------|--------|----------|--------|
| 1  | 0.5024 | 6.6317  |          | 13.463    | 99.93  |          |        |
| 2  | 0.4856 | 6.4099  |          | 13.1468   | 99.22  |          |        |
| 3  | 0.511  | 6.7452  | 6.84     | 13.3741   | 98.45  | 99.04    | 0.6    |
| 4  | 0.4936 | 6.5155  |          | 13.1552   | 98.5   |          |        |
| 5  | 0.4956 | 6.5419  |          | 13.2735   | 99.1   |          |        |

3.6 样品的测定 取三批样品按含量测定项下的方法提取、测定并计算含量,每份样品测定 3 次取均值。结果分别为 3.35 mg/片(批号 040301)、2.73 mg/片(批号 040302)、3.29 mg/片(批号 040303)。

## 4 讨论

骨碎补项因样品色谱中与柚皮苷对照品相应的

2.1 薄层色谱条件 层析板:硅胶 G 20 g,加水 55 mL,混匀,置自动铺板器上铺板(20 cm×10 cm),晾干,于 105℃ 加热约 1 小时,放入干燥器备用;展开剂:氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)在 10℃ 以下放置的下层为展开剂,展开 10 cm。

2.2 对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.54 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品粉末 3 g,加甲醇 40 mL,浸泡过夜,再加入甲醇 25 mL,置索氏提取器中提取至提取液无色,蒸干,残渣加水 20 mL 溶解,以水饱和的正丁醇萃取 4 次(30, 20, 20, 20 mL),合并正丁醇液,以 1% NaOH 溶液洗 2 次(20, 20 mL),继用正丁醇饱和的水洗至中性,正丁醇液蒸干,残渣加少量水溶解,加于已处理好的 D<sub>101</sub> 皂苷类吸附树脂柱(内径 15 mm,长 12 cm)上,先以 50 mL 水洗脱,继用 40% 的乙醇 30 mL 洗脱,再用 70% 的乙醇 80 mL 洗脱,收集 70% 的乙醇洗脱液,

位置未见相应斑点,经碘熏后空白对照有干扰。牛膝和女贞子中的齐墩果酸鉴别无专属性,且其它色谱斑点也很相似,故制剂的质量标准未增加骨碎补、牛膝、女贞子的鉴别。

虽然骨碎补是该方中的君药,但测定其在骨仙片中的柚皮苷含量得知,转移率非常低,约 20%,在实际的质量控制上缺乏意义。骨碎补、菟丝子、黑豆及粉防己等药材中均含黄酮类成分,具有活血化瘀、消炎镇痛等功效。因此,以芦丁为对照品测定总黄酮含量,具有一定的意义。

## 参考文献

[1] 中华人民共和国药典 2000 年版[一部][S]. 北京:化学工业出版社,2000,291~292 (收稿日期:2006-01-05)