

肿节风片的质量标准研究

吕武清 吴朝阳¹ 吴丽萍¹(南昌 330077 江西省中医药研究所;¹ 贵溪 335400 江西贵溪制药厂)

摘要 目的:制订肿节风片质量标准。方法:紫外分光光度法测定了总黄酮的含量,对肿节风药材进行了薄层色谱鉴别。结果:加标回收率平均 98.1%($RSD=2.3\%$, $n=6$), $r=0.99996$,重复性 $RSD=1.23\%$ ($n=6$),精密度 $RSD=1.14\%$ ($n=6$) 结论:方法稳定、可靠,可作为该制剂的质量控制方法之一。

关键词 总黄酮;含量测定;肿节风;薄层色谱鉴别

Study of quality standard of Zhongjiefeng pian

Lu Wuqing(Lu WQ), Wu Zhaoyang(Wu ZY), Wu Liping(Wu LP) (Jiangxi Institution of traditional Chinese medical and Pharmaceutical Sciences, Nanchang 330077)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the quality standard of Zhongjiefeng pian. **METHOD:** The content of total flavone in Zhongjiefeng pian was determined by UV. The Zhongjiefeng was identified by TLC. **RESULTS:** The average recovery is 98.1%($RSD=2.3\%$, $n=6$), with good linear relationship($r=0.99996$ and reproducibility($RSD=1.23\%$, $n=6$) and precision($RSD=1.14\%$, $n=6$). **CONCLUSION:** The method is accurate, reliable, and can be used as method for quality control of the production.

KEY WORDS Zhongjiefeng pian, determining content, total flavone, TLC

肿节风片由单味药肿节风经提取浸膏后压制而成,收载于部颁标准中,功能为消肿散结,清热解毒。临床用于肺炎、阑尾炎、蜂窝组织炎,大剂量用于肿瘤。主要成分有香豆酮、内酯、黄酮苷、挥发油、鞣酸、异白醋定、落新妇苷、葡萄糖、蔗糖等。本品原标准仅有一

个专属性并不强的有机酸试管反应和黄酮类荧光观察,为了有效地控制质量,我们对其质量标准提高进行了实验研究。

1 仪器与药品

日立 U-2000 紫外可见双光束分光光度计,岛津

中国现代应用药学杂志 2000 年 4 月第 17 卷第 2 期

UV-120 紫外可见分光光度计, CQ-250 超声波清洗仪(上海船舶电子设备研究所), 芦丁对照品(含量测定用, 中国药品生物制品检定所), 肿节风对照药材为金粟兰科植物接骨金粟兰 *Sarcandra glabra* (Thunb.) Nakai 的枝叶(江西中医学院中药鉴定教研室杨雄志讲师鉴定), 其它试剂均为分析纯。

肿节风片(江西贵溪制药厂, 批号: 971117, 951121, 951209, 960406, 960407, 960407, 960410, 960514, 960520, 960526 和 960712)。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

取本品 3 片, 研细, 加甲醇 10 ml, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液作为供试品溶液。另取肿节风对照药材 2.5 g, 加水 60 ml, 煮沸 20 min, 滤过, 滤液浓缩至约 10 ml, 加乙醇 3 倍量使沉淀, 放置 1 h, 滤过, 滤液挥去乙醇, 浓缩至稠膏状, 加 0.5 g 硅藻土拌匀, 水浴上蒸干, 用甲醇 5 ml 超声处理 10 min, 滤过, 滤液作为对照品药材溶液, 照薄层色谱法(中国药典 1995 年版一部附录 VIB) 试验, 吸取上述两种溶液各 3 μ l, 分别点于同一含羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以石油醚(60~90 °C)-醋酸乙酯-冰醋酸(10:4:2) 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, 结果见图 1。

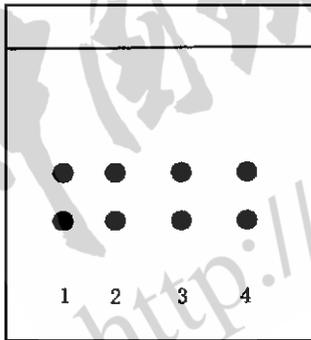


图 1 肿节风片 TLC 图

1, 2, 3 - 肿节风片; 4 - 肿节风对照药材

2.2 含量测定

2.2.1 提取方法的选择 《中国药典》(1990 年版第二增补本) 血康口服液所附的肿节风浸膏含量测定方法采用 70% 乙醇为溶剂, 置索氏提取器中回流提取, 比色法测定黄酮。但从理论上分析, 用 70% 乙醇索氏回流提取, 经索氏提取器冷凝管流至提取筒内的乙醇含醇量可达 90% 以上, 失去了用 70% 乙醇的意义。基于此, 我们对同一样品采用水溶解, 醇沉淀(下称水醇法) 方

法与《中国药典》提取方法进行比较, 方法如下: 药典法: 取肿节风片, 剥去糖衣, 研细, 置索氏提取器中, 用 70% 乙醇回流提取 6 h, 提取液定容至 100 ml, 吸取 1 ml, 照上述含量测定方法测定, 结果见表 1。测得总黄酮含量为 6.3%。水醇法: 取肿节风片, 剥去糖衣, 研细, 置 100 ml 量瓶中, 加水 90 ml, 超声处理 20 min 使溶解, 放置室温, 加水至刻度, 摇匀, 吸取 15 ml, 置 50 ml 量瓶中, 加乙醇至刻度, 使含醇量为 70%, 摇匀, 放置使沉淀, 吸取上清液 2 ml, 照含量测定方法项下试验, 测得总黄酮含量为 7.3%。

表 1 不同提取方法总黄酮测定结果/ %

	1	2	3	4	平均	RSD
水醇法	7.35	7.29	7.30	7.26	7.30	0.51
药典法	6.22	6.34	6.29	6.38	6.30	1.09

上述两种提取方法显示, 水醇法提取率高于药典法, 而且免去了药典法的繁杂操作, 故本品采用水醇法提取。

2.2.2 线性关系的考察 精密称取在 120 °C 减压干燥至恒重的芦丁对照品 110 mg, 置 100 ml 量中, 加 60% 乙醇 70 ml 使溶解, 放置室温, 加 60% 乙醇至刻度, 摇匀, 精密吸取上述溶液 10 ml, 置 50 ml 量量中, 加水至刻度, 摇匀, 精密吸取对照品溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 和 6.0 ml, 分别置 25 ml 量瓶中, 各加水至 6 ml, 加 5% 亚硝酸钠溶液 1 ml, 摇匀, 放置 6 min, 加 10% 硝酸铝溶液 1 ml, 摇匀, 放置 15 min, 照分光光度法(中国药典 1995 年版一部附录 V A), 在 500 nm 波长处测定吸收度, 以吸收度为纵坐标, 浓度为横坐标进行回归处理。回归方程为: $A = 0.01138c - 0.0037$, $r = 0.99996$, 结果芦丁浓度在 8.8 ~ 52.8 μ g/ml 范围内呈线性关系。

2.2.3 光谱扫描 精密吸取上述对照品溶液 4.0 ml 和对照品溶液 2 ml, 照标准曲线制备方法显色。在 U-2000 紫外可见分光光度计上从 370 ~ 700 nm 扫描。样品的扫描图谱与芦丁扫描图谱顺 500 nm 处均有最大吸收, 样品辅料制成的空白对照对测定无影响, 在 500 nm 处无吸收, 结果见图 2。

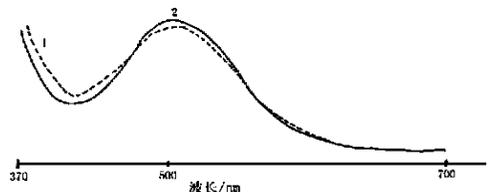


图 2 肿节风片 UV 光谱图

1 - 肿节风片; 2 - 芦丁对照品

2.2.4 稳定性试验 取供试品溶液 2 ml, 照标准曲线

制备方法项试验,在 500nm 波长处测定吸收度,以后每隔半小时测定一次,数据经处理 $RSD = 0.35\%$,样品在 4h 内极稳定。

2.2.5 精密度试验 精密吸取供试品溶液 2.0ml 共 6 份,照标准曲线制备项下“自各加水至 6ml,至在 500nm 波长处测定吸收度”,测得 6 份样品吸收度,结果样品吸收度相对标准偏差为 1.14%。

2.2.6 重复性试验 取样品 6 份,照含量测定项下方法试验,对含量测定结果进行数据处理 $RSD = 1.23\%$ 。

2.2.7 样品加样回收率 分别精密称取芦丁对照品 6 份,各置 100ml 量瓶中,再分别精密称取已知含量的样品各置上述量瓶中,加水溶解,超声处理 20min,放置室温,定容,摇匀,余照含量测定项下试验,计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收率测定结果

样品	样品中总黄酮 / mg	加入芦丁量 / mg	测出总黄酮量 / mg	回收率 / %
1	87.4	18.7	101.30	95.5
2	75.65	20.0	96.7	101.2
3	62.5	20.5	82.6	99.5
4	44.2	35.4	78.0	98.0
5	30.4	41.4	70.2	97.8
6	20.6	54.8	73.0	96.8

平均回收率 98.1%, $RSD = 2.3\%$

2.2.8 样品测定 取本品 10 片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取 1g,置 100ml 量瓶中,加水 90ml 超声处理 20min,放置室温,加水至刻度,摇匀,滤过,精密吸取续滤液 15ml,置 50ml 量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,滤过,精密吸取上清液 2ml,置 25ml 量瓶中,照标准曲线项下方法,自“各加水至 6ml”起,以 2ml 样品液,加水至 25ml 作为空白,至“在 500nm 波长处测定吸收度”,按回归方程计算含量,结果见表 3。

表 3 样品中总黄酮含量/ $n = 3$

批号	总黄酮含量/ $mg \cdot 片^{-1}$	批号	总黄酮含量/ $mg \cdot 片^{-1}$
951117	33.2	960410	29.2
951121	33.9	960514	38.4
951209	36.1	960520	36.8
960406	28.6	960526	37.4
960407	29.0	960721	40.2

3 小结

采用本方法对肿节风片进行薄层色谱鉴别,重现性好。我们对样品在不同温度、湿度条件下考察,经近 10 余批次样品鉴别,均能检出与对照药材相同的斑点。含量测定具有简便、重现性好、精密度高的优点,10 批次样品含量测定结果显示,各批次含量较为稳定,为肿节风片的质量控制提供了有效的方法。

收稿日期:1999-02-04