

Quality Standard of Xiangshawantong Capsule

Zhenjie Xin¹, Qihong Rao²

¹Luoding Hospital of Traditional Chinese Medicine, Luoding Guangdong

²The First Clinical Medical College, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou Guangdong

Email: 13719845956@126.com

Received: Apr. 16th, 2017; accepted: Apr. 30th, 2017; published: May 3rd, 2017

Abstract

Objective: To establish the quality standard Xiangshawantong Capsule. **Methods:** Thin-Layer chromatography (TLC) was employed for the qualitative determination of Chuanxiong Rhizoma, Angelicae Sinensis Radix and Paeoniae Radix Rubra. High performance liquid chromatography (HPLC) was applied for the determination of Vitexin in Xiangshawantong Capsule. **Results:** The characteristic by TLC was obvious and highly specific. The Linear range of Vitexin ranged from 0.0576 - 0.2880 μg ($r = 0.9998$). The average recovery was 99.73% (RSD = 2.1%, $n = 6$) respectively. **Conclusion:** The established standard can be used for the quality control of Xiangshawantong Capsule.

Keywords

Xiangshawantong Capsule, Quality, TLC, HPLC

香砂脘痛胶囊质量研究

辛振杰¹, 饶秋红²

¹罗定市中医院, 广东 罗定

²广州中医药大学第一临床医学院, 广东 广州

Email: 13719845956@126.com

收稿日期: 2017年4月16日; 录用日期: 2017年4月30日; 发布日期: 2017年5月3日

摘要

目的: 探讨建立控制香砂脘痛胶囊质量的方法。 **方法:** 采用薄层色谱法(TLC)对川芎、当归和赤芍药材

进行定性鉴别, 采用高效液相色谱法(HPLC)对牡荆苷进行含量测定。结果: TLC特征斑点明显清晰、专属性强。牡荆苷在0.0576~0.2880 μg ($r = 0.9998$)间具有良好的线性关系, 平均回收率分别为99.73% ($RSD = 1.5\%$, $n = 6$)。结论: 所建标准适用于香砂脘痛胶囊的质量控制。

关键词

香砂脘痛胶囊, 质量, 薄层色谱, 高效液相色谱法

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

胃脘痛相当于西医的胃炎、消化性溃疡。由于胃痛是平常饮食失调、过饥过饱、过食生冷, 或情志失调积而成疾, 近年, 现代医学认为与幽门螺旋杆菌感染有关。又因胃与脾相表里, 肝对脾胃具有疏泄作用, 故胃痛与肝、脾有密切关系, 治疗必须疏肝健脾、化瘀止痛为法, 胃痛胶囊是由木豆叶、当归、生地、赤芍、川芎、木香、砂仁、白豆蔻、川楝子、郁金、党参、白术、茯苓等 21 味药组成, 具有芳香行气, 清热燥湿, 疏肝健脾和胃, 活血化瘀止痛功效。用于肝肾气滞, 湿热瘀阻所引起的急慢性胃肠炎, 胃及十二指肠溃疡等。为了有效控制其质量, 建立了该制剂的质量方法。采用 TLC 法对方中臣药川芎、当归和赤芍进行定性鉴别。采用 HPLC 对方中君药木豆叶进行含量测定研究[1]。

2. 仪器与试药

岛津 LC-10ATvp 高效液相色谱仪(岛津 LC-10ATvp HPLC Pump, 岛津 SPD-10Avp/10AVvp 紫外检测器, N2010 色谱工作站); METTLER TOLEDO EL204-IC 电子分析天平; KQ5200DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); 川芎对照药材(批号: 120918-201406)、赤芍对照药材(批号: 121093-201402)、芍药苷对照品(批号: 110736-201423)(中国药品生物制品检定所)、当归对照药材(批号: 927-201410)、牡荆苷对照品(批号: 111687-201501)(中国药品生物制品检定所); 高效液相中使用的甲醇为色谱纯, 其余试剂均为分析纯。

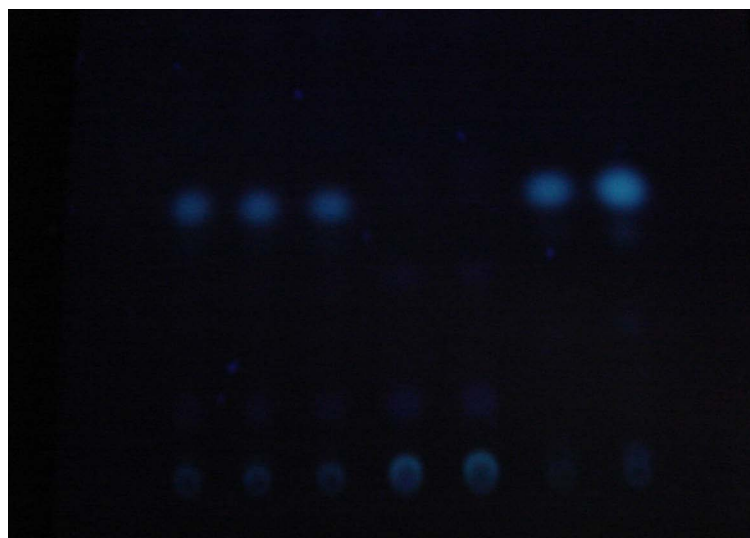
3. 薄层色谱鉴别

3.1. 川芎和当归的薄层色谱鉴别

取本品内容物 5 g, 加乙醚 30 ml, 超声处理 15 分钟, 加活性炭适量摇匀(使溶液至近无色), 滤过, 滤液挥干, 残渣加乙醚乙酯 0.5 ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取除去川芎、当归按处方和工艺制得的阴性对照品, 同法制成阴性对照溶液。再取川芎对照药材、当归对照药材各 0.5 g, 分别加乙醚 10 ml, 超声处理 15 分钟, 滤过, 滤液挥干, 残渣加乙醚乙酯 0.5 ml 使溶解, 作为对照药材溶液[2]。照薄层色谱法(附录 VI B)试验, 吸取上述四种溶液各 6~10 μl , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷—乙酸乙酯(9:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯下(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; 阴性对照溶液无此斑点。见图 1。

3.2. 赤芍的薄层色谱鉴别

取本品内容物 2.5 g, 加蒸馏水 25 ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 滤液用水饱和的正丁醇振摇提取 2



1~3 供试品 4~5 川芎、当归阴性对照 6 当归对照药材 7 川芎对照药材

Figure 1. TLC of *Ligusticum chuanxiong* Hort

图 1. 川芎和当归的 TLC

次, 每次 20 ml, 合并正丁醇液, 以正丁醇饱和的水洗涤 2 次, 正丁醇液蒸干, 残渣加乙醇 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。取除去赤芍按处方和工艺制得的阴性对照品, 同法制成阴性对照溶液。另取赤芍对照药材 0.5 g, 加甲醇 10 ml, 超声提取 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为对照药材溶液[3]。再取芍药苷对照品, 加甲醇制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验, 吸取上述三种溶液各 6 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷 - 乙酸乙酯 - 甲醇 - 甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 在 105 $^{\circ}$ 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。见图 2。

4. 牡荆苷的含量测定

4.1. 色谱条件

色谱柱: Kromasil C₁₈ 柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m); 流动相: 流动相: 甲醇—1%醋酸, 梯度洗脱, 具体如下: 见表 1。

检测波长: 339 nm; 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 理论板数按牡荆苷素峰计应不低于 3000。

4.2. 对照品溶液的制备

精密称取牡荆苷对照品 1 mg, 置 10 ml 容量瓶中, 用甲醇超声溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得(每 1 ml 中含牡荆苷 0.1 mg)。

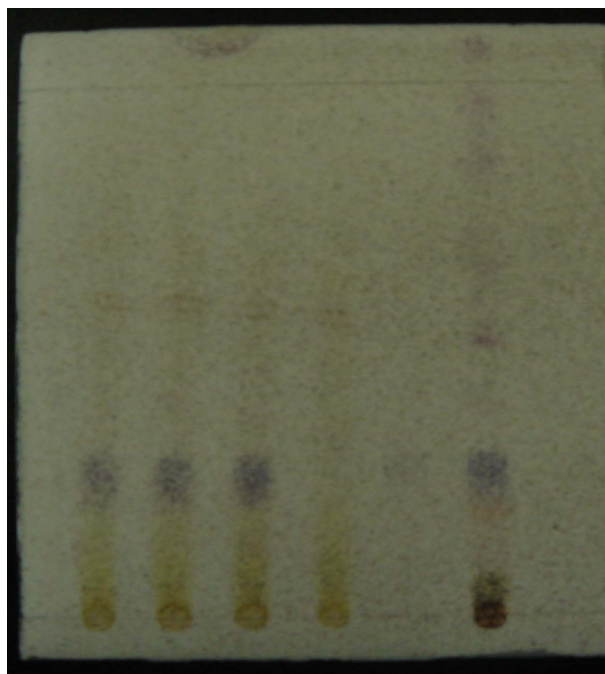
4.3. 供试品溶液的制备

取本品内容物约 2 g, 精密称定, 精密加入甲醇 25 ml, 称重, 超声处理 40 min, 取出, 放置至室温, 用甲醇补足减失的重量, 滤过, 滤液作为供试品溶液[4]。

另取缺木豆叶的阴性样品, 研细, 取 0.5 g, 按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

4.4. 干扰性试验

取对照品溶液、供试品溶液和缺木豆叶的阴性溶液、各进样 20 μ L, 进行分析, 牡荆苷峰与杂质峰完



1~3 供试品 4 阴性对照 5 芍药苷对照品 6 赤芍对照药材

Figure 2. TLC of *Paeonia lactiflora* Pall**图 2.** 赤芍的 TLC**Table 1.** Gradient elution procedure**表 1.** 梯度洗脱程序

时间	0~20 min	20~30 min
甲醇: 1%醋酸	25:75	30:70

全分离, 而阴性对照在相同的位置上无色谱峰。见图 3, 图 4 和图 5。

4.5. 线性关系考察

精密称取牡荆苷对照品 1.44 mg, 置 100 ml 量瓶中, 加甲醇超声使其溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 分别精密量取上述对照品溶液各 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 置 10 ml 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 分别取 20 μ l 注入高效液相色谱仪中, 记录色谱图。以峰面积为纵坐标, 以进样量(μ g)为横坐标绘制标准曲线。得牡荆苷回归方程 $y = 59784x + 12350$, $r = 0.9998$ 。结果表明, 牡荆苷在 0.0576~0.2880 μ g 范围内呈良好的线性关系。

4.6. 精密度试验

取对照品溶液, 重复进样 6 次, 每次 20 μ L, 牡荆苷峰面积值的 RSD 为 0.98%, 结果表明该仪器精密度良好[5]。

4.7. 重复性试验

取 20160301 批香砂脘痛胶囊样品 20 粒, 照上述供试品溶液的制备方法, 制得 6 份供试品溶液。分别精密吸取上述供试品溶液 20 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 结果平均含量为 0.04654 (mg/粒), RSD 为 0.57%。

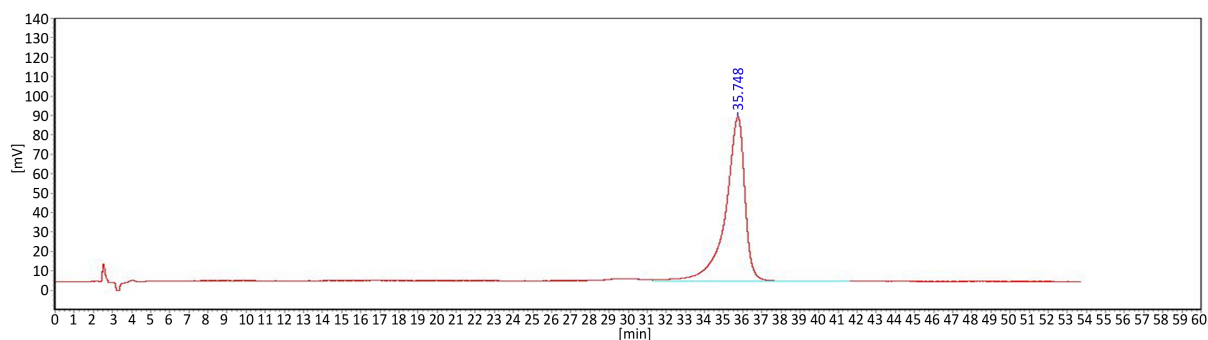


Figure 3. Reference solution

图 3. 对照品溶液

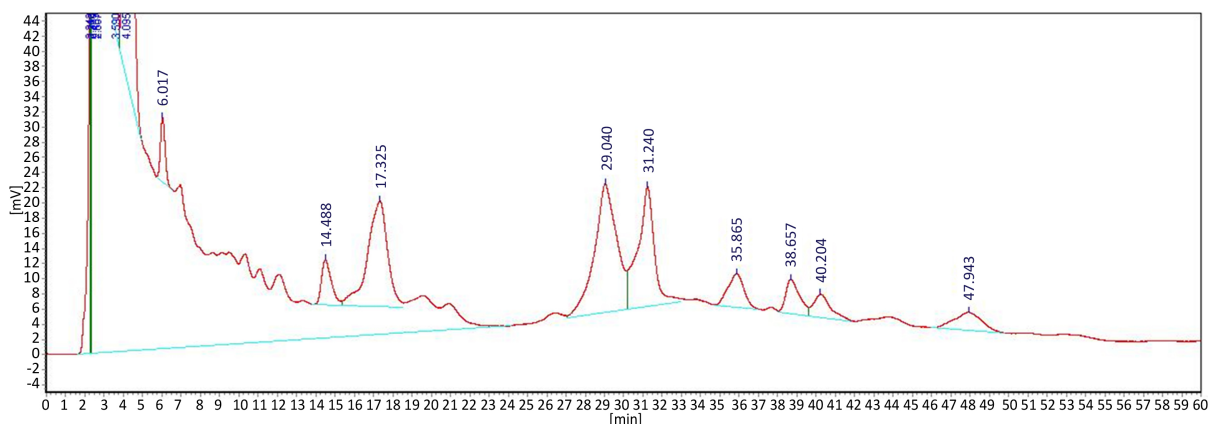


Figure 4. Sample solution

图 4. 供试品溶液

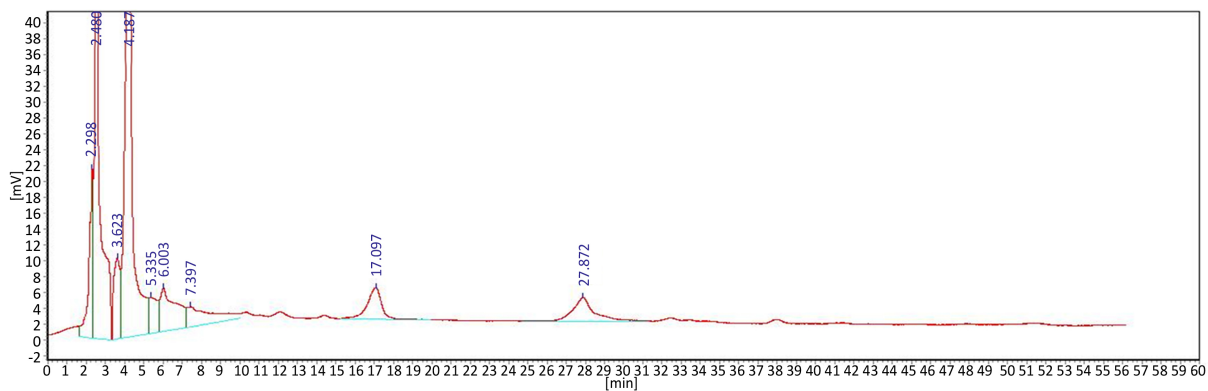


Figure 5. Lack of pigenonpea negative control

图 5. 缺木豆叶阴性对照

4.8. 稳定性试验

取香砂脘痛胶囊样品 20 粒, 照上述供试品的制备方法制得供试品溶液, 分别于 0、2、4、8、12 小时精密吸取供试品 20 μ l, 注入液相色谱仪。结果表明: $RSD = 1.5\%$, 说明样品在 12 小时内稳定性良好[6]。

4.9. 准确度试验

取香砂脘痛胶囊样品 20 粒, 倾出内容物, 研细, 分别精密称取 6 份样品粉末, 各 1 g, 分置 6 个 100 ml

Table 2. Vitexin recovery
表 2. 牡荆苷加样回收率

组别	取样量 (g)	含量 (mg)	加标体积 (ml)	加标量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
低浓度组	1	0.13	0.8	0.115	0.247	101.53	99.73	1.5
	1	0.13	0.8	0.115	0.246	100.34		
中浓度组	1	0.13	1	0.144	0.270	97.34		
	1	0.13	1	0.144	0.275	100.65		
高浓度组	1	0.13	1.2	0.173	0.300	98.64		
	1	0.13	1.2	0.173	0.303	99.88		

Table 3. Results of content determination of Vitexin
表 3. 牡荆苷含量测定结果

批号	样品量(g)	A 样 1	A 样 2	含量 1 (mg/粒)	含量 2 (mg/粒)	平均(mg/粒)
20160301	2.0047	24623.0	24506.1	0.04634	0.04612	0.04623
20160302	2.0130	24959.7	24847.7	0.04678	0.04657	0.04668
20160303	2.0167	24866.6	24791.8	0.04652	0.04638	0.04645

结果表明：样品牡荆苷的含量符合规定。

锥形瓶中，精密吸取浓度为 0.144 mg/ml 的对照品溶液 0.8 ml、1 ml、1.2 ml 至样品中，加甲醇 25 ml，密塞，称定重量，超声处理 40 分钟，用甲醇补足减失的重量，摇匀，取续滤液，即得。结果牡荆苷回收率为 99.73%，RSD 为 1.5%，说明回收率良好。结果见表 2。

4.10. 样品测定

分别取 3 个批号样品各 20 粒，精密称定质量，制备供试品溶液，进样，测定，结果见表 3。

5. 讨论

结果表明，定性定量方法重现性好、简便、准确，能有效控制香砂皖痛胶囊的质量。参照中国药典 2015 年四部薄层色谱法，经过多次实验摸索，先后参考了药典中川芎、当归、赤芍药材的鉴别方法及其它文献的鉴别方法，确定本品的薄层鉴别方法。牡荆苷的含量测定方法，参照文献《岭南常用中药木豆叶中牡荆苷的 HPLC 含量测定》中木豆叶药材的含量测定方法来确定本品中木豆叶的含量测定方法。通过对流动相进行调整，使与干扰成分的分度达到要求，试验证明本含量测定方法的准确度、精密密度、线形和范围、专属性均良好。

参考文献 (References)

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2015.
- [2] 孙琳, 黄松, 赖小平. HPLC 法测定不同产地及品种木豆叶中牡荆苷的含量[J]. 中药材, 2011, 34(1): 31-32.
- [3] 罗海燕, 李庆国, 关世侠, 等. 关节乐胶囊质量研究[J]. 今日药学, 2010, 20(12): 15-18.
- [4] 李功营, 唐红梅, 丘振文. 岭南常用中药木豆叶中牡荆苷的 HPLC 含量测定[J]. 中药新药与临床药理, 2007, 18(6): 474-476.
- [5] 高东藩, 杨胜华. 赤芍及几种中成药中赤芍的薄层层析鉴别[J]. 华西药学杂志, 1992, 7(4): 213-215.
- [6] 孔菲, 丁莹, 梁雪, 等. 川芎、当归的薄层层析鉴别[J]. 中医药学报, 2013, 41(2): 56-57.

期刊投稿者将享受如下服务：

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：pi@hanspub.org