

骨刺胶囊的质量标准研究

唐昌莉¹, 刘 婷¹, 田其学²

(1. 湖南省麻阳苗族自治县人民医院, 湖南 麻阳, 419400;
2. 湖南省中医药研究院附属医院, 湖南 长沙, 410006)

[摘要] 目的: 建立骨刺胶囊的质量标准。方法: 采用显微鉴别法鉴别全蝎、土鳖虫、白芍; 采用薄层色谱法(TLC)鉴别白芍、延胡索、威灵仙、龙血竭。结果: 显微鉴别特征明显; 薄层色谱相应主斑点清晰, 分离度好, 且阴性无干扰。结论: 本文建立的方法专属性强、重复性好, 可用于骨刺胶囊的质量控制。

[关键词] 骨刺胶囊; 质量标准; 显微鉴别; 薄层色谱

[中图分类号] R283. 65 **[文献标识码]** A DOI: 10. 16808/j. cnki. issn1003 - 7705. 2018. 10. 075

A study of the quality standard for Guci capsules

TANG Chang - li¹, LIU Ting¹, TIAN Qi - xue²

(1. The People's Hospital of Mayang Miao Autonomous County, Mayang 419400, Hunan, China;
2. The hospital of Hunan Traditional Chinese Medicine Academy, Changsha 410006, Hunan, China)

Abstract: Objective: To establish the quality standard for Guci capsules. Methods: Microscopic identification was used to identify scorpion, Eupolyphaga steleophaga, and Radix Paeoniae Alba; thin - layer chromatography (TLC) was used for the identification of Radix Paeoniae Alba, Rhizoma Corydalis, Clematis chinensis, and Resina Draconis. Results: Microscopic identification had marked features. There were clear and well separated TLC spots, with no interference from negative control. Conclusion: The method established in this study has good specificity and repeatability and can be used for the quality control of Guci capsules.

Key words: Guci capsule; quality standard; microscopic identification; thin - layer chromatography

骨刺胶囊为麻阳苗族自治县人民医院制剂, 由白芍、醋延胡索、龙血竭、全蝎、虻虫、蜈蚣、威灵仙等 14 味中药组成, 具有活血化瘀、祛风除湿、通络止痛的功效。临床用于治疗颈椎病、腰椎病、颈腰椎骨质增生、肩周炎、坐骨神经痛、腰椎间盘突出症及风湿病所引起的腰腿疼痛及麻木等。为控制制剂质量, 保证临床用药安全有效, 本研究分别采用显微鉴别法对全蝎、虻虫及白芍进行鉴别, 采用薄层色谱法对白芍、延胡索、威灵仙、龙血竭进行定性鉴别, 现报告如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器 CAMAG 薄层色谱仪(瑞士卡玛公司); XSP 生物显微镜(上海成光仪器有限公司); FA2204B 电子分析天平(上海佑科仪器仪表有限公司); SK2200H 超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司); HH 恒温水浴锅(江苏金坛中大仪器有限公司); GZX - 9140MBE 电热鼓风干燥箱(上海博迅实业有限公司)。

1.2 试药 龙血竭对照药材(批号: 121252 - 201303)、齐墩果酸对照品(批号: 110709 - 200505)、延胡索乙素对照品(批号: 110706 - 200610)、芍药苷对照品(批号: 110736 - 200934), 均购于中国食品药品检定研究院; 骨刺胶囊(批号: 20170426、20170904); 所有试剂均为分析纯, 水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 全蝎、虻虫、白芍的显微鉴别 取骨刺胶囊内容物少

许, 置于载玻片上, 用水合氯醛加热透化, 滴加稀甘油溶液, 加盖玻片, 置显微镜下观察^[1]。全蝎体壁碎片外表皮表面观呈多角形网格样纹理, 表面密布细小颗粒, 可见毛窝、细小圆孔以及淡棕色或近无色的瘤状突起; 虻虫体壁碎片深棕色或黄色, 表面有不规则纹理, 其上着生短粗或细长刚毛, 常可见刚毛脱落后的圆形毛窝, 直径 5 ~ 32 μm; 白芍草酸钙簇晶 11 ~ 35 μm, 存在于薄壁细胞中, 常排列成行, 或一个细胞中含数个簇晶。(见图 1)

2.2 白芍的薄层色谱鉴别 取本品内容物 10g, 加乙醚 50mL, 浸渍 2h, 超声处理 30min, 滤过, 滤渣挥干乙醚, 加甲醇 50mL, 超声处理 30min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 20mL 使其溶解, 滤过, 滤液用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20mL, 合并正丁醇液, 用正丁醇饱和的水洗涤 2 次, 每次 20mL, 弃去水洗液, 正丁醇液蒸干, 残渣加甲醇 1mL 使溶解, 作为供试品溶液。按处方称取缺白芍的其他药材制成阴性对照样品, 参照白芍的供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。取芍药苷对照品, 加甲醇制成每 1mL 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。参照薄层色谱法(《中国药典》^[1] 2015 年版四部通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液、阴性对照溶液、对照品溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷 - 乙酸乙酯 - 甲醇 - 甲酸(40: 5: 10: 0.2) 为展开剂, 展开, 取出,

基金项目: 国家中医药管理局全国中药特色技术传承人才培养项目

第一作者: 唐昌莉, 女, 副主任药师, 研究方向: 中药制剂

通讯作者: 田其学, 男, 主任药师, 研究方向: 中药制剂、中药炮制

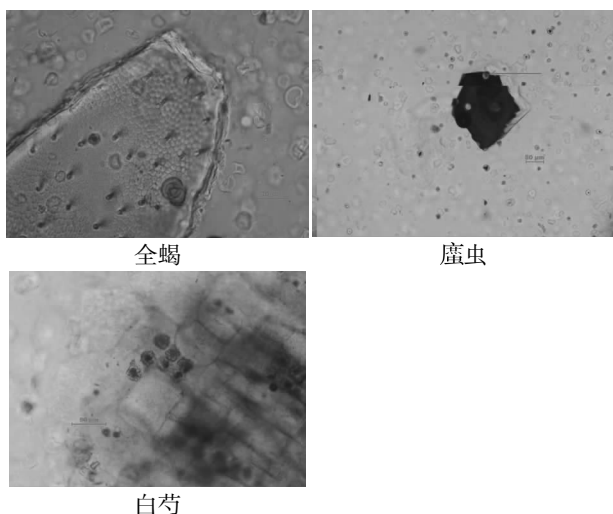


图 1 显微鉴别图

晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸溶液, 于 105℃ 加热至斑点显色清晰, 在日光下检视。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。阴性对照无干扰。结果见图 2。

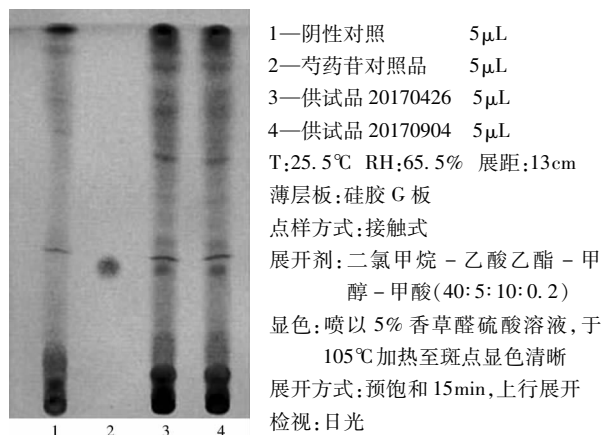


图 2 白芍的薄层色谱鉴别图

2.3 延胡索的薄层色谱鉴别 取本品内容物 10g, 加氨试液 10mL 使湿润, 加乙醚 50mL, 浸渍 1h, 超声处理 10min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1mL 使其溶解, 作为供试品溶液。按处方称取缺延胡索的其他药材, 制成缺延胡索的阴性对照样品。参照延胡索的供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。取延胡索乙素对照品, 加甲醇制成每 1mL 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。参照薄层色谱法(《中国药典》^[1] 2015 年版四部通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 5μL、阴性对照溶液 5μL、对照品溶液 2μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 用环己烷 - 二氯甲烷 - 甲醇 (5: 3: 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置碘蒸气中熏至斑点显色清晰, 取出, 挥尽板上吸附的碘后, 在紫外光灯 (365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。阴性对照无干扰。结果见图 3。

2.4 威灵仙的薄层色谱鉴别 取本品内容物 10g, 加乙醇 30mL, 用盐酸调节 pH 值至 1~2, 加热回流 1h, 滤过, 滤液加水 10mL, 用石油醚 (60℃~90℃) 30mL 振摇提取, 石油醚液蒸干, 残渣加无水乙醇 1mL 使其溶解, 作为供试品溶液。按处

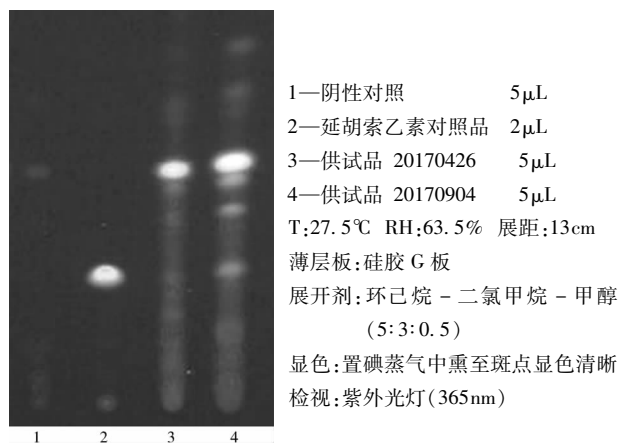


图 3 延胡索的薄层色谱鉴别图

方称取缺威灵仙的其他药材, 制成缺威灵仙的阴性对照样品, 按上述方法制成阴性对照溶液。取齐墩果酸对照品, 加无水乙醇制成每 1mL 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。参照薄层色谱法(《中国药典》^[1] 2015 年版四部通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液各 5μL 与 10μL、阴性对照溶液 2μL、对照品溶液 2μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯 - 乙酸乙酯 - 甲酸 (20: 3: 0.2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 于 105℃ 加热至斑点显色清晰, 在日光下检视^[2]。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。阴性对照无干扰。结果见图 4。

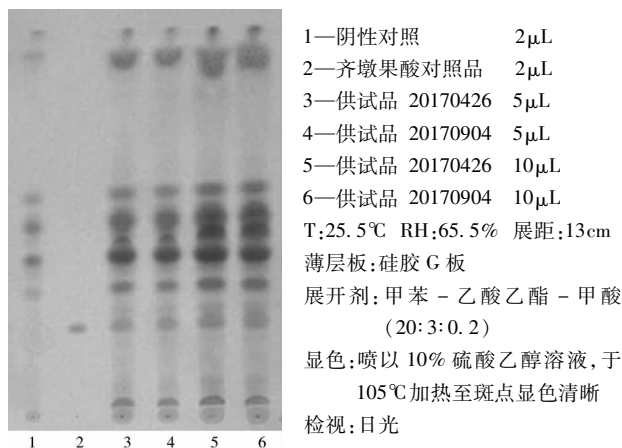


图 4 威灵仙的薄层色谱鉴别图

2.5 龙血竭的薄层色谱鉴别 取本品内容物 10g, 加石油醚 (60℃~90℃) 30mL, 超声处理 20min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加二氯甲烷 1mL 使其溶解, 作为供试品溶液。按处方称取缺龙血竭的其他药材, 制成缺龙血竭的阴性对照样品, 参照龙血竭的供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。取龙血竭对照药材 0.5g, 按同法制成对照药材溶液。参照薄层色谱法(《中国药典》^[1] 2015 年版四部通则 0502) 试验, 分别吸取供试品溶液 2μL 与 5μL、阴性对照溶液 2μL、对照药材溶液 2μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二氯甲烷 - 甲醇 (99: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外光 (365nm) 下检视^[3]。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。阴性对照无干扰。结果见图 5。

酶解法辅助提取布渣叶总黄酮的工艺优选

陈雪婷,徐文杰,李智勇

(广东省第二中医院/广东省中医药工程技术研究院,广东 广州,510095)

[摘要] 目的:优选酶解法辅助提取布渣叶总黄酮的工艺条件。方法:以总黄酮提取率为指标,采用单因素试验、正交试验法,分别考察酶种类、酶用量、pH值、酶解时间及乙醇浓度对提取工艺的影响。结果:最佳工艺条件为复合酶(纤维素酶:果胶酶=1:1)用量1%,乙醇浓度60%,酶解1h,总黄酮提取率为20.90%,较未经酶解法提高了4.85%。结论:优选的工艺简单高效,为布渣叶总黄酮的开发利用提供了实验依据。

[关键词] 布渣叶;总黄酮;复合酶;实验研究

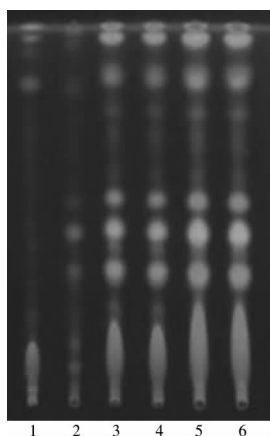
[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **DOI:**10.16808/j.cnki.issn1003-7705.2018.10.076

Optimization of the process of enzymolysis in assisting the extraction of total flavonoids from *Microcos paniculata*

CHEN Xue-ting, XU Wen-jie, LI Zhi-yong

(Guangdong Second Provincial Traditional Chinese Medicine Hospital/Guangdong Research Institute of Traditional Chinese Medicine Manufacturing Technology, Guangzhou 510095, Guangdong, China)

Abstract: Objective: To optimize the process conditions for enzymolysis in assisting the extraction of total flavonoids from *Microcos paniculata*. Methods: With the extraction rate of total flavonoids as an index, the single-factor experiment or orthogonal test was used to assess the influence of type of enzyme, amount of enzyme used, pH value,



1—阴性对照 2 μ L
2—龙血竭对照药材 2 μ L
3—供试品 20170426 2 μ L
4—供试品 20170904 2 μ L
5—供试品 20170426 5 μ L
6—供试品 20170904 5 μ L
T:26.0℃ RH:65.0% 展距:13cm
薄层板:硅胶G板
展开剂:二氯甲烷-甲醇(99:1)
检视:紫外光灯(365nm)

图5 龙血竭的薄层色谱鉴别图

3 讨论

本试验对方中防风、杜仲、虻虫、独活、当归5味药也进行了薄层鉴别方法的研究,但均存在阴性对照有干扰或特征斑点不明显等情况,故未列入质量标准。

薄层色谱展开剂为混合溶剂时,应在临用前新鲜配制,而且不能重复使用。白芍、延胡索薄层鉴别样品处理过程中,所用溶剂为乙醚,沸点低,超声处理时应注意温度的控制,可以在超声波清洗器中加冰袋,以防止乙醚

挥发。

在选择白芍薄层鉴别的展开剂实验中,对三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)与二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)进行实验对比,结果二氯甲烷组易产生“边缘效应”,三氯甲烷组比二氯甲烷组的薄层效果好,考虑到三氯甲烷对人体危害较大,故采用二氯甲烷组。为避免“边缘效应”,薄层板在层析缸内先预饱和15min后再展开。

结果表明全蝎、虻虫、白芍显微鉴别特征明显;白芍、延胡索、威灵仙、龙血竭薄层色谱相应主斑点清晰,分离度好,且阴性无干扰。本试验所建立的方法专属性强、重复性好,可用于骨刺胶囊的质量控制。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:19,105,139,151,143,251,1221.
- [2] 余晓玲,袁小淋,李争艳,等. 参威骨痹片的定性鉴别研究[J]. 云南中医中药杂志,2017,38(9):62-64.
- [3] 毕娜,詹立晶,杨思广. 正骨百健散质量标准的研究[J]. 中国中医药现代远程教育,2017,5(14):142-145.

(收稿日期:2018-07-28)

基金项目:广东省中医药局建设中医药强省科研项目(编号:20172013)

第一作者:陈雪婷,女,药学硕士,主管中药师,研究方向:中药新药研发