

妇良胶囊质量标准的设计研究

杜小英¹ 姜锦花¹ 宋愿智² 王宁¹

(1. 陕西方舟制药有限公司, 陕西 西安 710075; 2. 陕西省食品药品检验所, 陕西 西安 710065)

摘要:目的 建立妇良胶囊的质量控制方法。方法 用薄层色谱法对妇良胶囊中白芷、当归、地榆、续断药材进行了定性鉴别; 用 HPLC 法对制剂中芍药苷进行定量测定。结果 薄层色谱中斑点清晰、易于识别; HPLC 法精密度、重现性良好, 芍药苷进样量在 0.25 ~ 1.25 μg 范围内线性关系良好, $r=0.9999$, 平均加样回收率 97.81%, RSD 为 1.25%。结论 该方法可有效的控制妇良胶囊的产品质量。

关键词: 妇良胶囊; 薄层色谱; HPLC; 芍药苷

中图分类号: R 283.6 文献标识码: A 文章编号: 1672-0571(2016)05-0083-03

DOI: 10.13424/j.cnki.mtcm.2016.05.032

妇良片系《中药成方制剂第十一册》收载的品种, 标准编码为 WS2-B-2135-96, 本品由熟地黄、当归、白芍、续断、山药等十二味药材经提取精制而成, 具有补血健脾, 固经止带功能。用于血虚脾弱, 带下质清, 崩漏色淡, 经后少腹隐痛, 头昏目眩, 面色无华等症的治疗^[1]。妇良胶囊为妇良片的改剂型品种, 原片剂质量标准仅有三项鉴别项, 无含量测定内容, 为了更好的控制该产品的质量, 根据 SFDA《药品注册管理办法》及相关技术指导原则^[2-4], 对其质量标准进行了研究, 在[鉴别]项除保留原[鉴别 2]白术薄层色谱鉴别外, 将[鉴别 3 项]芍药苷定性鉴别改为含量测定, 保证标准高度统一, 不繁乱; 并增加了白芷、当归、地榆、续断药材的薄层色谱鉴别; 参考近年来的文献^[5-8], 利用 HPLC 法对制剂中所含芍药苷含量进行测定, 试验结果可为妇良胶囊提供较为科学有效的质量控制方法。

1 仪器与试药

1.1 仪器 Waters 600E 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司), Waters 600 泵(美国 Waters 公司), Waters 2487 紫外检测器(美国 Waters 公司); millog 色谱工作站, 奥豪斯电子天平等。

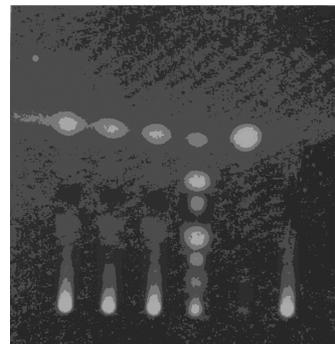
1.2 试药 芍药苷(批号: 110736-200833, 供含量测定用)对照品; 白术(批号: 120925-200708)、白芷(批号: 120945-200707)、当归(批号: 20927-200613)、地榆(批号: 121286-200402)、续断(批号: 121033-200608)对照药材均购自中国药品生物制品检定所; 妇良胶囊(批号: 111101、111102、111103)及不含被测药材的阴性对照样品(陕西方

舟制药有限公司), 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 甲醇为色谱纯; 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 鉴别

2.1.1 白芷、当归的鉴别 取本品内容物适量, 研细, 称取 1 g, 加乙醚 30 mL, 超声处理 40 min, 滤过, 滤液挥干乙醚, 残渣加乙酸乙酯 1 mL 溶解, 作为供试品溶液。另取白芷和当归对照药材各 1 g, 同供试品制备方法制成对照药材溶液。取阴性样品 1 g, 照供试品制法, 同法制成阴性对照溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验, 精密吸取上述四种溶液各 5 μL , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30 ~ 60 $^{\circ}\text{C}$) - 乙醚(3:2)溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。在薄层色谱中, 供试品与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的主荧光斑点; 阴性对照在相应的位置不显色, 无干扰(见图 1)。



(1, 2, 3 为样品, 4 当归对照药材, 5 白芷对照药材, 6 为阴性对照)

图 1 当归、白芷薄层图