

抗癌复方天仙胶囊稳定性实验研究

天津市医药科学研究所(300070) 祖桂荣* 臧静逸

摘要 主要报道了复方天仙胶囊的稳定性实验,对室温存放1~3年的样品进行鉴别试验及紫外光谱吸收值测定,并考察了对热、湿、光的加速试验。结果表明未发生特殊变化。

关键词 天仙胶囊 抗癌 紫外光谱

复方天仙胶囊采用常用中药人参、牛黄、麝香、黄芪、冰片、天花粉、斑蝥、蟾酥等30味中药配方而成,有扶正固本,开窍醒神,活血化痰,清热解毒作用。经药理试验,有抗癌活性,临床用于治疗肿瘤。

1 仪器与试剂

岛津UV-260紫外光谱仪,3650Å紫外分析仪,硅胶G板5×20cm;复方天仙胶囊由吉林长白山药物研究所王振国提供;试剂均为分析纯。

2 鉴别试验

2.1 取本品粉末约0.25g,加入醋酸酐2ml,振摇,于水浴上加热2min,过滤取滤液1ml,缓缓加入浓硫酸0.5ml,两液界面呈红棕色,最终呈暗棕色(人参中甾萜类反应)。

2.2 取本品粉末约0.25g,加乙醇1ml,摇匀过滤,滤液加新配制1%香草醛1~2滴,即显紫色(冰片鉴别反应)。

2.3 取本品粉末少许,加氯仿1ml,摇匀。再加硫酸与30%过氧化氢溶液各2滴,振摇,即显绿色(牛黄鉴别反应)。

2.4 取本品粉末1g,加水5ml,浸渍过夜,过滤,取滤液1ml,加茚三酮试液2滴,在水浴中加热煮沸5min,冷后,显紫红色(黄芪、天花粉、蜈蚣中氨基酸鉴别反应)。见表1。

2.5 薄层层析鉴别麝香、蟾酥、斑蝥:供试液:取本品粉末约0.5g,加氯仿2ml,振摇混合,过滤备用。

对照液:取麝香酮0.1ml,加氯仿1ml,备用。取蟾酥、斑蝥各0.1g,各加氯仿1ml,振

摇混合,过滤备用。

按中国药典薄层层析法试验,吸取上述供试液10μl及对照液各5μl,点于同一硅胶G薄板上,用氯仿展开,取出,晾干,于紫外分析仪(3650Å)下检视,供试液在麝香酮相应的位置上显相同颜色的荧光斑点,喷以0.6%重铬酸钾硫酸液,待挥干后,再次于紫外分析仪(3650Å)下检视,供试液在相应的位置上显相同颜色的荧光斑点,再于160℃烘烤15~30min,供试液与对照液在相应的位置上显相同色斑(图1)。

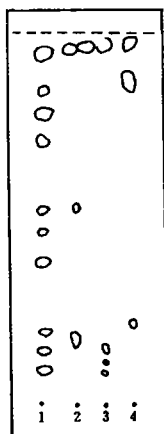


图1 复方天仙胶囊薄层层析图谱

1-天仙丸 3-蟾酥
2-斑蝥 4-麝香酮

3 复方天仙胶囊加速试验

3.1 基本方法:取本品内容物,混合均匀。准确称取0.5g,置25ml容量瓶中,加无水乙醇至刻度,振摇浸渍4h。过滤取1ml置10ml量瓶中,加无水乙醇至刻度,再取2ml置10ml容量瓶中,加无水乙醇至刻度,摇匀,照分光光度法(中国药典80版附录)在203nm波长处测定吸收值。

3.1.1 复方天仙胶囊光谱图的绘制:复方天仙胶囊的无水醇溶液在203nm波长处,有最大吸收(图2),与人参无水醇溶液对照基本一致(见图3)。

* Address: Zu Guirong, Tianjin Institute of Medical and Pharmaceutical Science, Tianjin

表 1 4 批复方天仙胶囊测定结果

样品 批号	性状 (内容物)	鉴 别 反 应							干燥失重 (%)	崩解时限 (min)	UVλ _{max} ^{EtOH} (nm)
		人 参	冰 片	麝 香	蟾 酥	斑 蝥	氨 基 酸	牛 黄			
8402024	棕黄色粉末	+	+	+	+	+	+	+	9.0	8	203
8506026	棕黄色粉末	+	+	+	+	+	+	+		7	203
8601	棕黄色粉末	+	+	+	+	+	+	+	8.0	10	203
8701	棕黄色粉末	+	+	+	+	+	+	+	7.8	10	203

表 2 样品稳定性实验

样品	60℃烘烤(h)吸收值				
	0	24	48	72	108
8402024	0.835		0.825	0.799	
	0.835	0.829	0.801	0.799	0.804
8506026	0.767	0.692	0.718	0.751	
	0.760	0.712	0.723	0.736	0.695
8701	0.801	0.793	0.755	0.745	
	0.807	0.791	0.754	0.745	0.766

表 3 湿度对样品稳定性实验

批号	相对湿度 63~80℃吸收值	
	0d	5d
8402024	0.835	0.826
	0.835	0.828
8506026	0.767	0.797
	0.760	0.801
8701	0.831	0.823
	0.833	0.838

3.4 复方天仙胶囊对光稳定性试验:取复方天仙胶囊内容物 0.5g,置玻璃皿中加盖,于 35~43℃室外阳光照射 2、4、6h,测定吸收值,结果见表 4。

表 4 样品对光的稳定性

样品	室外阳光照射(35~43℃吸收值)			
	0h	2h	4h	6h
8402024	0.835	0.766	0.854	0.804
	0.835	0.814	0.812	0.805
8506026	0.767	0.733	0.748	
	0.773	0.766	0.741	0.776
8701	0.812	0.791	0.825	0.788
	0.816	0.790	0.811	0.753

3.5 不同批号样品测定结果:取 1984、1985、1986、1987 年 4 批样品中内容物各 0.5g,测定吸收值,结果见表 5。

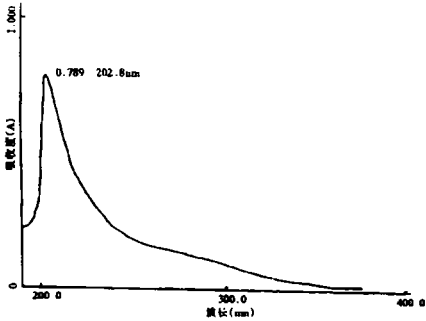


图 2 天仙丸无水乙醇紫外吸收图

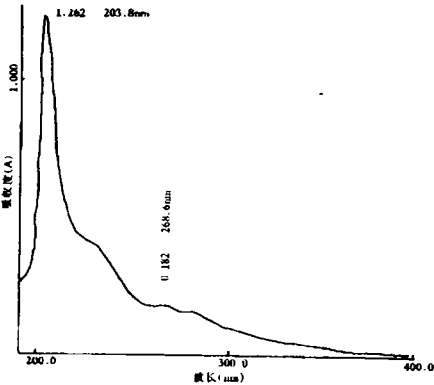


图 3 人参无水乙醇紫外图

3.1.2 复方天仙胶囊醇溶液重复试验:取同批复方天仙胶囊内容物 0.5g,按上法测定吸收值,测定 4 次,每次 2~3 个数据,总平均值为 0.8278,标准差 0.0109,变异系数 1.32。

3.2 复方天仙胶囊对热稳定性试验:取复方天仙胶囊内容物 0.5g,于 60℃烘烤 24、48、72、108h 后测定吸收值,结果见表 2。

3.3 复方天仙胶囊对湿度稳定性试验:取复方天仙胶囊内容物 0.5g,暴露于室内,相对湿度在 63~80℃之间,放置 5d 后测定吸收值,结果见表 3。

表 5 不同年限样品测定结果		
样品	波长 203nm	吸收值
8402024	0.835	0.835
8506026	0.767	0.773
8601	0.794	0.754
8701	0.813	0.823

4 小结

4.1 复方天仙胶囊为多种中药的复方制剂，成分复杂难以分离测定。以紫外光谱测定发

现它在 203nm 处有最大吸收，经与人参对照，初步确认为人参吸收峰，故利用紫外吸收值来观察其稳定性，通过精确度的试验考查，变异系数为 1.32，方法简便可靠。

4.2 复方天仙胶囊质量标准中只鉴别冰片，人参，斑蝥，蟾酥，麝香，我们对样品进行热加速试验的前后鉴别考察，结果基本一致。见表 6。

表 6 样品加速实验前后的变化

样品 批号	性 状		鉴 别											
	60℃ 108h		麝香酮		人 参		冰 片		牛 黄		氨基酸		蟾 酥	
	前	后	前	后	前	后	前	后	前	后	前	后	前	后
8402024	棕黄色粉末	棕黄色粉末	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
8506026	棕黄色粉末	棕黄色 (无明显变化)	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
8601	棕黄色粉末	棕黄色 (无明显变化)	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
8701	棕黄色粉末	棕黄色 (无明显变化)	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

4.3 通过 3 批复方天仙胶囊对光、湿、热加速试验从吸收值观察变化不大，我们认为短

时间、室温密闭贮存是稳定的。
(1996-01-04 收稿)

参律平口服液的制备与质量控制

天津市第二中心医院(300120) 王守愚* 范津玲

摘 要 参律平口服液是由西洋参、葛根、茯苓、白术、当归等 21 味中药制成的中药复方制剂，临床治疗冠心病引起的室性早搏疗效确切，本文提出了合理的制备工艺，可行的质量内控方法，考查了制剂的稳定性。
关键词 参律平口服液 制备工艺 质量内控方法 稳定性

参律平口服液是我院急症科医师在多年的临床实践中总结整理出来的经验处方，原以汤剂给药。为了服用方便，疗效稳定，使质量达到一定的标准而制成口服液。
1 制备工艺研究
1.1 提取次数的选择：为了保持汤剂的特点

采用水煎提取，并在加水量 8 倍，煎煮温度 100℃，煎煮时间 1h，三项条件固定的情况下对煎煮次数进行了选择，方法是从 1~4 煎分别过滤，浓缩至 1：1，按中国药典 90 版一部附录 34 页测定相对密度，结果，1 煎 1.05，2 煎 1.04，3 煎 1.008，4 煎 1.005。从结果看煎

* Address: Wang Shouyu, Tianjin Municipal Second Center Hospital, Tianjin