

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

煮2次相对密度有显著增加,因此选择水煎2次提取。

1.2 纯化方法

水沉:煎煮液经过滤、浓缩、放置、再过滤,可除去大部分树脂、色素等水不溶性的杂质。

醇沉:上液加96%乙醇至含醇量达到50%,放置过夜,滤取上清液,回收乙醇,可除去淀粉、树胶、果胶、蛋白质、粘液质、鞣质、无机盐等无效成分。

热沉:通过100℃加热30min,使遇热凝固的杂质析出。

冷沉:0~5℃放置12h,过滤。

为防止挥发性成分丢失,于第一次煎煮时收集蒸馏液适量。

1.3 制备工艺:取西洋参加60%乙醇5倍量,60℃浸渍48h,滤取醇液。磁石先煎1h再加其它药味及参渣加足8倍量水煎煮1h,收集蒸馏液1倍量,滤取煎液。再加足8倍量水煎煮1h,滤取煎液,合并煎液,浓缩至1:1,放置过夜,滤取上清液,浓缩至d=1.15,加95%乙醇至含醇量50%,放置过夜,滤取上清液与西洋参醇液合并,回收乙醇,加水适量,100℃加热30min,冷后加入蒸馏液,加水至全量,0~5℃放置12h滤取上清液灌封。

2 质量内控方法

2.1 鉴别:薄层层析用硅胶G,青岛海洋化工厂;西洋参、葛根,天津市中药集团公司;样品及不含西洋参、葛根药液,自制;所用试剂均为分析纯。

2.1.1 生物碱鉴别:取本品5ml,加水至10ml,用氨水调至中性,水浴蒸干,加5ml 0.1mol/L 硫酸溶解残渣,过滤,于滤液中分别滴加碘化汞钾、碘化铋钾、硅钨酸试剂均呈阳性反应^[1]。

2.1.2 西洋参 TLC 鉴别:西洋参对照液的制备:取西洋参0.5g,以甲醇回流24h,回收甲醇,提取物加蒸馏水溶解,乙醚脱脂,再用正丁醇萃取,回收正丁醇,用甲醇溶解成5ml。

成品供试液的制备:取成品30ml,加蒸馏水至50ml,乙醚脱脂,再用正丁醇萃取,回收正丁醇,用甲醇溶解成5ml。

缺味对照液的制备:取不含西洋参口服液30ml,制备方法同成品供试液。

按中国药典90版二部附录30页薄层色谱法进行试验。分别吸取以上三液点于同一新制备的硅胶G薄层板(厚0.5mm)上,以氯仿-甲醇-水(7:5.5:1)展开,挥发展开剂,置碘蒸气中观察^[2],成品供试液与西洋参对照液有相同的斑点而缺味对照液无西洋参特征斑点。

2.1.3 葛根 TLC 鉴别:葛根对照液的制备:取葛根0.5g加甲醇5ml,浸泡过夜,过滤。

成品供试液的制备:取成品30ml,加乙醚50ml,振摇分去醚层,加乙酸乙酯50ml,振摇,分去乙酸乙酯,取水层水浴加热,挥尽有机溶剂,过滤,加入聚酰胺10g,拌匀,放置10min,将聚酰胺用蒸馏水洗至洗涤液无色,用滤纸吸干,加丙酮30ml浸泡过夜,取丙酮液水浴蒸干,加甲醇2ml溶解,必要时过滤。

缺味对照液的制备:取不含葛根口服液30ml,制备方法同成品供试液。

分别吸取以上三液,点于同一新制备的硅胶G薄层板(厚0.5mm)上,以氯仿-甲醇-乙酸乙酯-水-二乙胺(13:14:20:5:1)展开,展距10cm,置于UV-254nm波长下观察,成品供试液与葛根对照液有相同蓝色亮斑,缺味对照液无此蓝色亮斑^[3]。见图1。

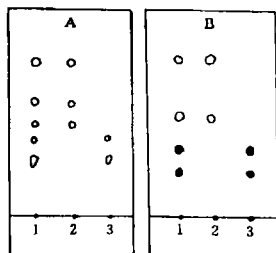


图1 西洋参、葛根 TLC 鉴别图

A-西洋参 B-葛根 1-成品供试液 2-药材对照液 3-缺味对照液

2.2 检查:

2.2.1 pH 值检查:本品 pH 未加调整定为 4.75~4.80。

2.2.2 相对密度检查:本品相对密度应在 1.055~1.065 范围。按中国药典 90 版一部附录 34 页相对密度测定法测定。

2.2.3 卫生学检查:按卫生部药品卫生检验

方法检验,应符合药品卫生标准。

3 稳定性考察

本品采用本文给出的质控方法对贮存条件为原包装、室温存放、温度波动为 15~30℃、湿度波动为 50%~90%,对不同批号的四批参律平口服液进行 0、7、11、25 个月的稳定性考察,表明本品比较稳定。见表。

表 稳定性考察结果

批号	检查日期	外观性状	生物碱	相对密度	pH 值	卫生学检查
930717	1995-09-11	棕褐色、有沉淀、挂壁	+	1.055	4.80	符合规定
941007	1995-09-11	棕褐色、微混	+	1.060	4.79	符合规定
950316	1995-09-11	棕褐色、澄明	+	1.060	4.79	符合规定
950908	1995-09-11	棕褐色、澄明	+	1.060	4.77	符合规定

西洋参、葛根 TLC 鉴别:见图 2。

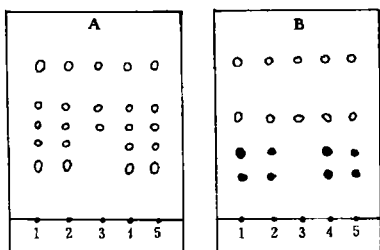


图 2 西洋参、葛根 TLC 鉴别图

A-西洋参 B-葛根

1-930717 2-941007 3-药材阳性对照 4-950316
5-950908

4 讨论与小结

4.1 本品采用了先煎、醇提、煎煮、蒸馏、纯化等综合性制备工艺,为的是把有效成分尽可能多地提出,无效成分尽可能多地排除,以

保持原汤剂的疗效与制剂质量的稳定。

4.2 本文在没有标准品的情况下利用西洋参、葛根单味药的 TLC 特征斑点和缺味对照斑点,鉴别本制剂中含有的西洋参和葛根的化学成分,以确保本制剂的内在质量。

4.3 本品除保存 25 个月的样品析出沉淀并有挂壁现象外,其余样品外观均在合格范围。

4 批样品 pH 值统计分析, $\bar{x} \pm s = 4.77 \pm 1.826 \times 10^{-2}$, $CV = 0.38\%$; 相对密度统计分析: $\bar{x} \pm s = 1.059 \pm 0.3 \times 10^{-2}$, $CV = 0.28\%$ 。

参考文献

- 1 侯世祥. 中草药. 1991, 22(12): 537
- 2 郭顺星, 等. 中国药学杂志, 1991, 26(6): 335
- 3 郑玲, 等. 中成药研究, 1988, (5): 12

(1996-02-12 收稿)

(上接第 525 页)

Ⅶ: 黄色粉末, mp 214~216℃, 分子式 $C_{16}H_{11}NO_4$, UV (DMSO) nm: 240, 290, 395. IR (KBr) cm^{-1} : 3410, 3300, 2965, 2925, 1665, 1635, 1550, 1460, 1380, 1280, 1200. EI-MS $m/z(\%)$: 281 (M^+ , 100), 266, 238, 209, 182, 141, 134, 119, 105, 91, 77. 1H -NMR (DMSO- d_6) ppm: 8.59(d, $J=8.2$, 1H), 7.58(s, 1H), 7.36(s, 1H), 7.33(t, $J=8.0$ Hz, 1H), 7.05(d, $J=8.0$ Hz, 1H), 3.97(s, 3H). NOE 差谱:

照射 3.97ppm, 8.59ppm 氢增益。以上数据与文献^[6]报道的 aristololactam AI₁ 一致。

参考文献

- 1 Joshi BS, et al. Tetrahedron Lett, 1979, 20: 2427
- 2 Tempesta MS, et al. J Org Chem, 1981, 26: 4267
- 3 徐丽珍, 等. 药学报, 1984, 19(1): 48
- 4 Mahmood K, et al. Phytochemistry, 1986, 25: 965
- 5 Priestap HA. Magn Res Chem, 1989, 27: 460
- 6 Priestap HA. Phytochemistry, 1985, 24: 849

(1995-08-07 收稿)