

# 胃复宁胶囊质量标准的研究

长春中医学院(长春 130021)

中国人民解放军 272 医院

崔健\* 陈新 张英华

庞瑞芳

胃复宁是我院研制的治疗胃溃疡及十二指肠溃疡的药物,由浙贝母、三七、没药、乳香等 9 味中药组成,为了很好地控制该制剂的质量,保证疗效,我们对方中的三七及没药进行了薄层色谱鉴别,对浙贝母中的贝母素甲进行了含量测定,为保证疗效提供依据。

## 1 仪器与试剂

CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津公司),薄层色谱板(硅胶 G 自行机械涂布),所用试剂均为分析纯。

三七皂苷、贝母素甲对照品(中国药品生物制品检定所),胃复宁胶囊(本院制剂室提供)。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 三七的鉴别

2.1.1 供试品液:取胃复宁胶囊内容物 10 g,加甲醇 80 mL,水浴回流提取 1 h,滤过,滤液回收甲醇至干,残渣加水 20 mL 溶解,用乙醚脱脂 2 次,每次 20 mL,弃去乙醚液,水层用水饱和的正丁醇提取 3 次,每次 20 mL,用正丁醇饱和的 40% 氨水萃取 3 次,每次 20 mL,弃去碱液,正丁醇层回收至干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品液。

阴性对照液:取缺三七的阴性胶囊 10 g,按供试品液方法制备。

对照品液:取三七皂苷对照品,加甲醇溶解制成 1 mg/mL 的溶液。

2.1.2 薄层层析:展开剂为氯仿-甲醇-水(65:35:10)下层。取供试品液、阴性对照液 4  $\mu$ L 及对照品 3  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,取出、晾干,喷以 10%  $H_2SO_4$  乙醇液,挥干溶剂,于 105  $^{\circ}C$  烘 5 min,供试品与对照品在相应位置上显相同紫红色斑点,阴性对照品无此斑点。

### 2.2 没药的鉴别

2.2.1 供试品液:取胃复宁胶囊内容物 3 g,加乙醚 5 mL 浸泡 4 h,挥散乙醚至 2 mL,作为供试品液。

阴性对照品液:取缺没药的阴性胶囊 3 g,按供试品液方法制备。

阳性对照品液:取没药药材 1 g,加乙醚 3 mL,同供试品液方法制备。

2.2.2 薄层层析:展开剂为石油醚-醋酸乙酯(8.5:1.5)。取供试品液、阴性对照液 3  $\mu$ L 与阳性对照液 2  $\mu$ L 分别点于硅胶 G 薄层板上,展开,取出、晾干,喷以 1% 香草醛硫酸溶液,供试品与阳性对照液在相应位置上显相同颜色斑点,阴性对照品则无相应斑点。

### 2.3 贝母素甲的含量测定

2.3.1 层析及扫描条件:反射法锯齿扫描;双波长  $\lambda_S = 515 \text{ nm}$ ,  $\lambda_R = 600 \text{ nm}$ ;光束狭缝 1.2 mm  $\times$  1.2 mm,线性化参数  $S_x = 3$ 。

吸附剂:硅胶 G,展开剂:氯仿-甲醇-氨水(5:0.6:0.2),显色剂:改良碘化铋钾。

2.3.2 对照品液制备:精密称取贝母素甲对照品适量,加氯仿制成 0.525 mg/mL 溶液作为对照品溶液。

2.3.3 供试品液制备:精密称取胃复宁胶囊内容物 15 g,置滤纸筒内,加甲醇 100 mL,索氏回流提取 4 h,滤纸筒用甲醇洗 2 次,每次 5 mL,合并至提取液中,浓缩至干,残渣加水 30 mL 使溶解,用 5% HCl 调 pH 2~3,用醋酸乙酯提取 2 次(30、20 mL),弃去醋酸乙酯液,水层用浓氨水调 pH 10~11,用氯仿提取 5 次(30、25、25、25、25 mL),合并提取液,回收氯仿至干,用氯仿定容至 2 mL 容量瓶中,作为供试品液。

2.3.4 线性关系:精密吸取贝母素甲对照品溶液 2、4、6、8、10  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述条件进行层析、扫描,测定面积积分值,以对照品浓度为横坐标,面积积分值为纵坐标,进行回归分析,得出  $Y = -4379.48 + 4846.08X$ ,  $r = 0.9995$ 。结果表明,贝母素甲在 1.05  $\mu$ g~5.25  $\mu$ g 间浓度与峰

\* 崔健 1982 年毕业于延边医学院药理学系,获学士学位,现为副教授。主要从事中药化学和中药制剂分析的教学与科研工作。曾多次参加吉林省科委、教委、中医管理局的课题研究,获得了多项科技成果鉴定证书,其中 1 项获省科技进步三等奖。发表科技论文 50 余篇。

面积线性关系良好。

2.3.5 精密性与稳定性考察:取对照品液点于同一硅胶 G 薄层板上,每点 4  $\mu$ L,共 6 点,展开,测定,  $RSD=3.9\%$ 。此后每隔 30 min 对其中一点测定 1 次。结果表明,贝母素甲含量在 1.5 h 内基本不变。

2.3.6 阴性干扰考察:将不含贝母素甲的胃复宁胶囊阴性样品,照供试品液制备项下操作,测得贝母素甲峰处峰面积值为零,证明无干扰。

2.3.7 回收率试验:取已知含量的胃复宁胶囊样品 5 份,每份约 15 g,分别精密称定,每份分别加入贝母素甲对照品标准溶液(含贝母素甲 0.525 mg/

mL)0.5 mL,依法提取测定,计算回收率,结果  $\bar{x}=97.04\%$ ,  $RSD=2.4\%$  ( $n=5$ )。

2.3.8 样品含量测定:取供试品液 10  $\mu$ L,对照品液 4  $\mu$ L 和 6  $\mu$ L,分别点于同一薄层板上,依法测定。3 批样品测定结果,贝母素甲分别为 0.044、0.046、0.049 mg/g。

### 3 讨论

在调 pH 值时,应尽量准确,否则容易乳化;展开剂应充分静止,且充分饱和;喷显色剂时必须注意显色剂喷涂的均匀度。

(1997-11-04 收稿)

(上接第 661 页)

1 082, 1 047, 1 005;  $UV_{max}^{EtOH}$  nm: 217, 251。FAB-MS  $m/z$ : 427, 293, 281, 255, 191, 149, 89, 71, 59。 $^1H$  NMR( $CD_3OD$ , TMS,  $\delta$ ppm): 7.51(2 H, d, 7.6 Hz, Ar-H), 7.39(2 H, t, 7.6 Hz, Ar-H), 7.31(1 H, t, 7.6 Hz, Ar-H), 6.79(1 H, d, 16 Hz, Hc), 6.46(1 H, dt, 16, 6.4 Hz,  $H_B$ ), 4.98(1 H, d, 6.8 Hz,  $C_{1'}-H$ ), 4.96(1 H, d, 6.8 Hz,  $C_{1''}-H$ ), 4.44~4.47(2 H, m,  $H_A$ ), 3.31~4.63(10 H, m, 糖质子)。 $^{13}C$  NMR 归属见表 2。

### 参考文献

1 吉林中医中药研究所,等. 长白山植物药志. 长春:吉林人民出版社,1982:494

2 Сарамиков А С, и др. Хим Фац Ж, 1997; 11(4): 229  
3 明海泉,等. 中草药, 1988; 19(5): 229  
4 杨智蕴,等. 中草药, 1995; 16(8): 441  
5 龙康侯,等. 萜类化学. 北京:高等教育出版社, 1998: 271  
6 丛浦珠. 质谱学在天然有机化学中的应用. 北京:科学出版社, 1987: 717  
7 娄红祥,等. 中草药, 1991; 22(17): 295  
8 Singh H, et al. Phytochemistry, 1978; 17: 154  
9 龚运谁. 天然有机化合物的 $^{13}C$  NMR 核磁共振化学位移. 昆明:云南科学出版社, 1986: 398  
10 Зонесольнаг Т Т. ХПС, 1982; (6): 723  
11 Сарамиков А С, и др. Хим Фац Ж, 1977; 11(4): 56  
12 中草药情报中心站. 植物药有效成分手册. 北京:人民卫生出版社, 1983: 968

(1997-09-23 收稿)

## 新 书 介 绍

云南省科技出版社 1998 年 8 月出版的“中草药抗艾滋病病毒活性研究”新书是作者经过 10 余年研究的结果。本书共分两大部分,前一部分概论了艾滋病的流行、诊断、治疗及药物进展,后一部分详细描述了对艾滋病病毒(HIV)有抑制作用的中草药的分类学特征、分布及其他药用功效,并列出了每种中草药抗 HIV 筛选的结果。它对科研、教学及临床治疗有重要的参考价值,也可供患者及医药工作者参考。

本书主要作者罗士德,男,现任中国科学院昆明植物研究所研究员,博士生导师,从事中草药药物研究 30 多年,在国内外刊物发表学术论文 50 余篇。本书为 16 开精装本,共 360 页,定价 38 元,另加挂号、邮寄费 5 元。欲购者请将书款寄至:650204 云南省昆明市黑龙潭中国科学院昆明植物研究所 王惠英收,款到即寄书。

安徽高校联合培训部

### 兽医函授及中医函授大专班常年招生

经省教委批准,第七期兽医函授大专班及第十二期中医函授大专班继续向全国常年招生。使用全国高等院校统编教材,由专家教授辅导,详情见招生简章。凡初中以上文化程度者,可免试入学。报名费 5 元,邮至安徽合肥市五里墩邮政 9—901 信箱邱瑛收,款到寄给招生简章和入学登记表。

邮编:230031 电话:(0551)5112949