

三安胶囊质量标准的研究

福建省药品检验所(福州 35001) 潘馨* 陈在敏 吴晓玲 许建华**

三安胶囊是由海马、叶下珠、茯苓、金线莲等中药组成, 具有扶正固本, 清热解毒, 消肿之功效。用于肠癌, 肺癌等多种肿瘤疾病。为控制三安胶囊的质量^[1~6], 进行如下研究。

1 实验部分

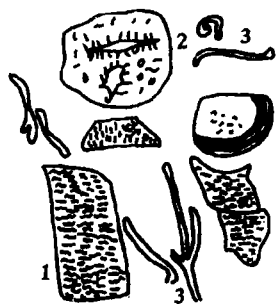
1.1 仪器与材料: 岛津 CS-930 型薄层扫描仪, 岛津 DR-2 型处理机, 定量毛细管(美国), 试剂均为 AR 级; 没食子酸(中国药品生物制品检定所), 金线莲(本所鉴定), 硅胶 G(青岛海洋化工厂生产), 三安胶囊(福州世纪星药厂)。

1.2 实验条件: 薄层色谱测定条件: 吸附剂: 硅胶 G-CMC-Na; 展开剂: 氯仿-甲醇-甲酸(10:3:2), 显色剂: 1% FeCl₃ 乙醇溶液, 用热风吹至显色清晰, 反射法锯齿扫描, λ=580 nm, 线性化参数 Sx=3。

2 实验结果

2.1 鉴别

2.1.1 取本品内容物少许置显微镜下观察, 可见无色片状物, 有细密横纹, 横纹平直或微波状, 骨碎片无色, 呈长条型(检有海马)。不规则颗粒状团块, 遇水合氯醛液渐溶化。菌丝无色, 细长, 稍弯曲, 有分枝(检查茯苓)。(见图 1)



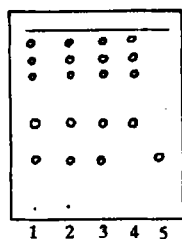
1-肌肉组织 2-骨碎片
3-菌丝

图 1 三安胶囊显微图

2.1.2 取本品 8 g, 加 95% 乙醇 70 mL, 冷浸 6 h, 超声提取 10 min, 滤过, 蒸干, 加甲醇 2 mL 溶解, 作为供试品溶液; 另取对照药材 2 g 同法处理, 作为对照药材溶液; 再取缺金线莲的样品, 同法处理, 作为阴性对照溶液。取上述制备的三种溶液各 10 μL, 分别依次点于同一硅胶薄

层板上, 用氯仿-甲醇-甲酸(85:13:2)展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 3,5 二硝基苯甲酸乙醇溶液, 再喷以氢氧化钾乙醇(1 mol/L), 可见供试品溶液色潜在与金线莲对照药材相应的位置上显相同颜色的斑点。(见图 2)

2.2 含量测定: 成品中含有叶下珠。叶下珠中含有没食子酸成分, 据报道没食子酸具有抗菌, 抗病毒, 抗肿瘤作用。叶下珠为方中臣药。我们确定有效成分没食子酸作为含量测定指标, 制订控制制剂质量的方法。



1-980307

2-980312

3-980320

4-金线莲对照药材

5-缺金线莲样品

图 2 样品薄层
层析图

2.2.1 标准品溶液的制备: 精密称取没食子酸对照品 5.01 mg 至 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并定容, 摇匀, 备用。

2.2.2 供试品溶液的制备: 取本品 8 g 精密称定, 置索氏提取器中, 用石油醚提取至无色, 挥干, 再用乙醇提取 5 h, 水浴上蒸至近干, 加入 0.5 g 聚酰胺粉, 挥干溶剂, 将上述粉末装入聚酰胺柱(2 g, 内径 10~12 mm)中, 先用 20 mL 水洗脱, 再用 95% 乙醇洗脱, 收集洗脱液 70 mL(薄层检查洗脱完全), 蒸干, 用乙醇溶解至 5 mL 量瓶中, 作为供试品溶液。

2.2.3 标准曲线的制备: 精密吸取上述标准品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 依上述 1.2 薄层色谱条件测定, 以没食子酸的量为横坐标, 峰面积的积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y=990+36873.8X$, $r=0.9997$, 没食子酸在 0.501~2.505 μg 范围内呈良好的线性关系。

2.2.4 精密度试验: 取供试品溶液点于同一薄层板

* 潘馨 在福建省药品检验所工作。多年从事新药开发研制工作共十余项, 并进行科研工作, 已发表文章 10 篇。
** 福建中医学院实习生

上,依法测定, $RSD=0.7\%$

2.2.5 稳定性试验:对同一斑点,每隔 30 min 扫描一次,共 6 次, $RSD=1.5\%$,表明本品在 3 h 内稳定。

2.2.6 回收率试验:称取已知含量的样品,加入定量的没食子酸对照品,依样品测定法测定,平均回收率为 94.6%, $RSD=1.17\%$ 。

2.2.7 样品测定结果:精密吸取供试品溶液 10 μL ,标准品溶液 2.4 μL 交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述薄层色谱条件测定,结果见表 1。

表 1 样品测定结果

批号	含量(mg/g)($n=3$)	$RSD(\%)$
980307	0.0651	1.2
980312	0.0639	2.0
980320	0.0618	1.6

2.2.8 取与成品同法制成的缺没食子酸的样品,按样品测定法试验,在与没食子酸相应的位置上不显相同颜色的斑点。阴性对照无干扰。

3 讨论

3.1 成品中含有大量的水溶性杂质,利用没食子酸

含有酚羟基,易与聚酰胺结合的特性,先用水洗脱,弃去水溶性杂质,再用乙醇洗脱没食子酸。采用本法试验,杂质干扰少,结果理想。

3.2 文献中还未见测定叶下珠中没食子酸含量的报道,应用上述测定方法,我们对厂方提供的叶下珠药材及市售药材进行含量测定,结果在 0.10~0.12 mg/g 之间,该方法回收率为 93.4% RSD 为 2.2%,重现性 RSD 为 2.44%,实验结果表明上述方法亦可作为原药材含量测定方法,用以控制原料药质量。

参考文献

- 1 姚庆强,等. 药学报,1993,(28)11:829
- 2 林 励,等. 中国中药杂志,1997,(22)3:149
- 3 万振先,等. 中草药,1994,(25)9:455
- 4 季宇彬. 中药有效成分及药理与应用. 哈尔滨:黑龙江科技出版社,1995:203
- 5 徐国钧. 中药材粉末显微鉴定. 北京:人民卫生出版社,1986:750
- 6 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究. 北京:中国医药科技出版社,1994

(1999-01-11 收稿)

复方制剂女金丹中阿魏酸的测定

宁夏大学化学科学与工程系(银川 750021) 杨文远* 王天勇
宁夏回族自治区人民医院 王金山

女金丹为中国药典收录的常用重要中药成方制剂,由当归、川芎、白芍、熟地黄等多味中药组成^[1],功能调经养血,理气止痛,其中当归补血活血、调经止痛,川芎活血行气、祛风止痛,以上两味中药为女金丹的主药。当归、川芎均含有阿魏酸,且阿魏酸是该两味中药的主要有效成分^[2]。本研究采用 RP-HPLC 法直接分离和测定了该制剂中阿魏酸。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂:高效液相色谱 LC-6A 系统,SPD-6AV 紫外检测器,SLC-6A 系统控制器,C-R3A 数据处理系统,SPD-M6A 光电二极管阵列检测器,CSF-1A 超声波发生器,Millipore 溶剂过滤系统。阿魏酸标准品,中国药品生物制品检定所;女金丹,昆明生达制药有限公司。

1.2 样品溶液的制备:取一定量的女金丹,粉碎混匀,精密称量 5.0 g 样品置索氏提取器中,加入 100 mL CHCl_3 提至馏出液完全无色,提取液回收溶剂,残渣用流动相溶解并定容至 10 mL,制成样液经 Millipore 溶剂过滤系统过滤后,供进样用。

1.3 色谱条件:色谱柱:Shim-pock CLC-ODS 150 mm \times 6.0 mm(5 μm),带有前置保护柱。流动相:甲醇-水-冰乙酸(37:62:1),临用前以微孔滤膜过滤并经超声脱气处理。紫外检测波长 322 nm,灵敏度 0.08 AUFS,流速 0.8 mL/min,柱室室温。

1.4 标准溶液的制备与线性实验:精密称取阿魏酸对照品 6 mg,用甲醇-水(1:1,水中含 1.0%冰乙酸)溶解后定容为 10 mL,然后用流动相稀释成每毫升含阿魏酸为 0.01,0.03,0.05,0.07,0.09 mg 系列

* 杨文远 男,工程师,1987年毕业于宁夏大学化学系,获理学学士学位。主要从事中草药有效成分分离测定及药物质量标准的研究工作。先后在《中草药》、《中国中药杂志》、《中医药学报》、《分析试验室》、《分析测试学报》等刊物上发表论文 30 余篇。