

表 2 样品水煎液中游离大黄素及结合型大黄素含量 (mg/g 大黄, n= 3)

样品	游离大黄素				结合型大黄素			
	含量	RSD(%)	溶出率(%)	P	含量	RSD(%)	溶出率(%)	P
大黄	0.284 8	2.06	100.00		0.645 3	0.80	100.00	
大黄、厚朴	0.218 6	1.49	76.76	< 0.001	0.572 0	1.00	88.64	< 0.001
大黄、枳实	0.229 9	0.53	80.72	< 0.001	0.674 6	0.57	104.54	< 0.01
分煎方	0.177 9	0.65	62.46	< 0.001	0.324 9	0.57	50.35	< 0.001
合煎方	0.282 4	1.14	99.16		0.579 4	0.09	89.79	< 0.001

表 3 样品水煎液中游离总蒽醌及结合型总蒽醌含量 (mg/g 大黄, n= 3)

样品	游离总蒽醌				结合型总蒽醌			
	含量	RSD(%)	溶出率(%)	P	含量	RSD(%)	溶出率(%)	P
大黄	0.721 1	0.76	100.00		1.438	0.94	100.00	
大黄、厚朴	0.489 8	0.25	67.92	< 0.001	1.082	0.18	75.24	< 0.001
大黄、枳实	0.823 9	0.90	114.26	< 0.001	1.227	0.49	85.33	< 0.001
分煎方	0.626 4	0.38	86.87	< 0.001	1.175	0.20	81.71	< 0.001
合煎方	0.908 7	0.58	126.02	< 0.001	1.501	1.10	104.38	< 0.01

3.1 在单味大黄、大黄与其他单味药材配伍的水煎液中,尽管大黄的取样量均为 12 g,但它们中的游离蒽醌与结合型蒽醌含量并不相同。相同的成分在不同的配伍组中溶出率不一样;一种药材与大黄配伍的水煎液中各种蒽醌类成分与大黄水煎液相比,其溶出率变化幅度也不一样。说明了不同药材对不同种类的蒽醌类成分的溶出产生的影响不同。各种成分药效不同,且在一定范围内,药效随含量变化而变化。这也是传统方剂理论通过药味配伍或剂量配伍来调整中医方剂主治与功效的物质基础

3.2 小承气汤合煎方中结合型大黄酸、结合型总蒽醌含量与大黄相比,增幅不大,而结合型大黄素反而

降低,这从一个角度说明了小承气汤轻下是有一定道理的。

3.3 分析各种蒽醌类成分在大黄、大黄+ 厚朴、大黄+ 枳实及合煎方中含量,不难看出合煎方中蒽醌类成分的溶出,不是各单味药材影响的简单加和,而是它们协同作用的综合结果。

参 考 文 献

1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海科学技术出版社, 1995 104

2 彭怀仁主编. 中华名医方剂大全. 北京: 金盾出版社, 1990 79

3 刘训红, 王玉玺, 房克慧, 等. 中药材薄层色谱鉴别. 天津: 天津科学技术出版社, 1990 20

(1999-12-27收稿)

巴布剂复方紫荆消伤膏质量标准研究

上海市药材有限公司 (200002)杨莉娅*

上海中药制药三厂谢松 吴云鸣 周庆氢

摘 要 采用薄层色谱法对巴布剂复方紫荆消伤膏中的紫荆皮、马钱子、独活和白芷进行了定性鉴别。采用薄层色谱扫描法对方中土的宁含量进行了测定,上述方法简便,重复性好。

关键词 复方紫荆消伤膏 巴布剂 紫荆皮 马钱子 独活 白芷 薄层色谱扫描法

巴布剂复方紫荆消伤膏是依据骨折科临床常用名方“三色敷药”经新药研究而成,全方由紫荆皮、羌活、独活、白芷、川芎、当归、丹参、马钱子(生)、甘草等 22味中药组成,具有活血化瘀、消肿止痛、舒筋通

络之功效,能有效地治疗软组织损伤。为规范本品的生产,有效地控制大复方的产品质量,我们用薄层色谱法对方中的紫荆皮、马钱子、独活和白芷进行了定性鉴别;又用薄层色谱扫描法对方中土的宁含量进

* Address: Yang Liya, Shanghai Chinese Medicinal Materials Co., Ltd., Shanghai

杨莉娅 1984年毕业于上海科技大学化学系高分子专业,理学士,上海中药制药三厂工程师。负责多项科研项目开发,其中“蟾酥膏巴布膏”荣获 1984年上海市新产品二等奖,“复方紫荆消伤膏”获得国家中药三类新药生产批文。按照新药审评办法要求,探索、研究新产品达 15项,其中通过各级评审获得生产批文达 12项产品:强力花粉口服液、仙草壮阳口服液、麝香虎骨膏、益肾灵冲剂、脑得生片、西洋参冲剂、蟾酥膏巴布膏、西洋参含片(首创)等,完成复方紫荆消伤膏临床前药效学、毒理学、工艺、质量标准等工作。

行了测定

1 仪器与试药

CAMAG TLC SCANNER R3薄层扫描仪,半自动点样仪,薄层涂布器;紫荆皮、独活、欧前胡素、土的宁、马钱子碱对照品(中国药品生物制品检定所);硅胶 G 硅胶 GF₂₅₄(青岛海洋化工厂);样品由上海中药制药三厂提供;其他试剂、试药、溶剂均为分析纯。薄层板的制备:取硅胶 G 或 GF₂₅₄与 0.5% CMC-Na 溶液,按(1:3)混合、研磨均匀,于涂布器上铺板,室温阴干,于 105℃活化 1 h,干燥备用。

2 定性鉴别

2.1 紫荆皮:取本品 2 片,剪成小条,揭去薄膜,加乙酸乙酯 40 mL,加热回流 0.5 h,滤过,收集滤液浓缩至 0.5 mL,作供试品溶液;同法制备空白紫荆皮样品溶液;另取紫荆皮药材粉 0.5 g,同法制备,浓缩至 2 mL,作对照品溶液。吸取供试品、阴性溶液各 15 μL,对照品溶液 5 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-苯(9:1)展开剂,展开,取出,晾干,置饱和碘蒸气缸内,放置 10 min 取出,在供试品色谱中,与对照品色谱中相应的位置显相同颜色的斑点,见图 1-1。

2.2 独活:取本品 1 片,剪成小条,揭去薄膜,加正己烷 40 mL,加热回流 0.5 h,滤过,滤液浓缩至 1 mL,作为供试品溶液;同法制备空白独活样品溶液;另取独活药材粉 0.5 g,同法制备,浓缩至 2 mL,作为对照品溶液。吸取上述 3 种溶液 4 μL,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上以正己烷-乙酸乙酯(9:1)展开,取出,晾干,置紫外灯 365 nm 下视检。在供试品色谱中,与对照药材色谱相应的位置上显相同颜色的荧光斑点,见图 1-2。

2.3 白芷:取本品 2 片,剪成小条,揭去薄膜,加石油醚(60℃~90℃)50 mL,加热回流 2 次,每次 1 h,合并石油醚溶液,浓缩至 1 mL,作为供试品溶液;同法制备空白白芷样品溶液;另取欧前胡素对照品,加石油醚(60℃~90℃)制成每毫升含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述供试品溶液、阴性溶液各 20 μL,对照品溶液 5 μL,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以石油醚(60℃~90℃)-乙醚(3:2)展开,取出,晾干,再同样条件展开一次,置紫外灯 254 nm 下视检。供试品色谱中,在与欧前胡素对照品色谱相应的位置上显相同颜色的斑点,见图 1-3。

2.4 马钱子:取含量测定项下的供试品溶液和空白马钱子样品溶液;另取土的宁和马钱子碱对照品加氯仿制成 1 mg/L 的溶液,作为对照品溶液。吸取上

述供试品溶液、阴性溶液各 10 μL,对照品溶液 3 μL,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄薄层板上,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨水(16:12:1:4)上层为展开剂,展开,取出,晾干,于紫外灯 254 nm 下视检,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,见图 1-4。

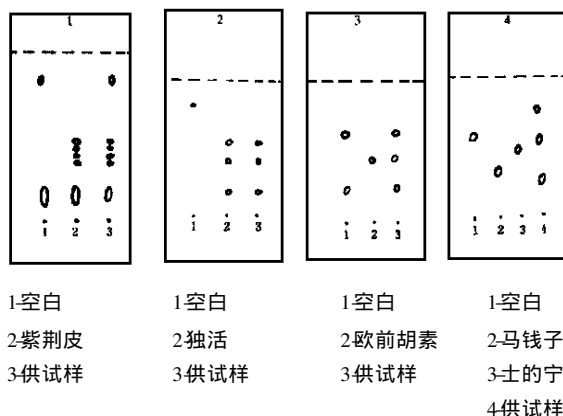


图 1 药材的薄层图

3 含量测定

3.1 层析条件:含 CMC-Na 的硅胶 GF₂₅₄薄层板,展开剂:甲苯-丙酮-乙醇-浓氨水(16:12:1:4)上层溶液,展距 10 cm。

3.2 扫描条件:反射光锯齿扫描,λ_s=254 nm,λ_R=325 nm,狭缝 1.25 mm×1.25 mm,扫描速度 20 mm/min,灵敏度×5。

3.3 对照品溶液配制:精密称取于 105℃干燥至恒重的土的宁,置容量瓶中,加氯仿配制成 1 mg/mL 的土的宁对照品溶液。

3.4 供试样品液制备:取本品 3 片,用适量蒸馏水将衬布均匀湿润,剪成小条,揭去薄膜,加 0.5 mL 浓氨水,再加 25 mL 氯仿回流 1 h,其间不断振摇,第 2~4 次氯仿各 15 mL,每次 45 min,合并氯仿液于分液漏斗内,用硫酸溶液(3>100)萃取 3 次,每次 10 mL,合并酸液,加浓氨水调 pH≈9~10,再用氯仿萃取 3 次,每次 10 mL,合并氯仿层,蒸干,残渣精密加氯仿 1 mL 使溶解,为样品液。

3.5 空白样品液制备:取除马钱子的处方中其他 21 味中药,按制备工艺制成空马钱子样品,再按样品液制备方法制备空白样品液,备用。

3.6 线性关系考察:准确吸取上述对照品液 1.0~5.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,定容;分别取 10 μL 点于同一块硅胶 GF₂₅₄板上,按上述方法展开测定,绘制标准曲线,并回归得直线方程为: A=723.19M-9102.04, r=0.9989,同时显示土的宁浓度在 1.1~5.5 μg 之间其浓度与峰面积呈线性关系。

- 3.7 干扰性试验:取对照品液、样品液、空白样品液各 10 μ L,点于同一硅胶 GF₂₅₄预制板上,按上述方法展开晾干,扫描测定,得各供试液图谱,结果空白供试液在测定波长处无干扰和吸收,即其他药材成分对土的宁测定无干扰,此外马钱子其他成分亦对测定无干扰。
- 3.8 稳定性试验:取照品液适量,点于硅胶 GF₂₅₄板上,上述方法展开,测定斑点峰面积积分值,每隔 0.5 h测定 1次,记录积分值,结果 0~ 4 h内数值稳定, $RSD=2.0\%$ 。
- 3.9 精密度试验:同一薄层板同一斑点连续测定 11次, $RSD=3.2\%$ 。
- 3.10 样品测定:取 5个批号的样品,制成供试品溶液,分别准确吸收样品液 10.0 μ L点于硅胶 GF₂₅₄板上,并平行点对照品 3.0 μ L,按上述方法展开,测定,结果如表 1。
- 3.11 回收率测定:加样回收率测定结果为 90.49%, $RSD=3.4\%$ ($n=3$)。

表 1 样品中土的宁的含量测定结果 ($n=3$)					
样品序号	1	2	3	4	5
土的宁含量(克/片)	0.212	0.204	0.216	0.213	0.222
RSD	2.78	3.15	2.48	2.02	2.53

- 4 讨论
- 4.1 本文所制定的定性鉴别方法,均根据被测成分的极性来选择提取溶液。
- 4.2 本产品为贴膏剂,膏体基质有多种水溶性高分子复合成分,其含马钱子量少,故在含量测定的分离提取时,先用水来湿润,其目的是提高氯仿对膏体的穿透性,以利于土的宁的提取。由于本品中含有表面活性剂,对提取带来影响,故回收率略低。因本方内含 22味中药,故上述研究可为中药大复方的分析提供参考。

参考文献

1 王宝琴,陈德昌,鲁静,等.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

2 郭钟慧,吕国雄,莫翠华.中成药,1998,20(5):13

(2000-01-14收稿)

脑髓康胶囊的剂型改革

深圳市中医院 (518033) 张尚斌* 杨玉峰

摘要 通过对原方脑髓康胶囊中各药成分的药理学研究,发现黄芪多糖为活性有效成分,对本方的治疗作用有一定的影响,而原工艺黄芪多糖被酒精沉淀除去,影响了本方的治疗作用;运用现代微粉工艺,本方中的天麻、全蝎经过微粉工艺使细胞破壁,有利于其活性有效成分的溶解吸收。在此基础上对原方进行了工艺和剂型改革。

关键词: 脑髓康 药理研究 微粉工艺 剂型改革

脑髓康胶囊是依据中医药理论选择一定的经典方用药依据的本院经验方。本方具有补肾填髓,活血化痰,健脑益智,宁神开窍的功能。临床主要用于动脉硬化、中风后遗症、脑梗、脑萎缩、老年性痴呆等疾病。组方主要有:黄芪、川芎、葛根、丹参、全蝎、女贞子、远志、山茱萸、天麻等。原剂型系胶囊剂,采用常规的水提酒沉法工艺。本工艺的优点是减少了浸膏量,降低药物总量;缺点是主药黄芪中的活性有效成分黄芪多糖被除去,从而降低了本方的治疗效果;另外,天麻、全蝎粉碎成细粉入药,其吸收利用率不高。我们利用先进的微粉工艺粉碎使细胞破壁,有利于其有效成分的溶出吸收利用。因此将本方的剂型

和工艺进行了改革,更好地发挥了本方的治疗作用。

1 改进后的剂型及特点

1.1 改进后的剂型:为冲服剂,具有汤剂吸收快等特点又利用贮存运输,而且服用量伸缩度大,利于制剂。

1.2 改进后的工艺:①天麻与全蝎(100℃加热 2 h降低毒性)粉碎成微粉;②余药粉碎成 25目颗粒,加入 5倍量的清水,恒温 50℃,搅拌温浸提取 10 h 时后收取提取液,离心除去杂质,低温低压浓缩成稠浸膏,相对密度为 1.30(60℃热测);③微粉与浸膏混合均匀,加入 3%的乳糖混匀,再加入适量的 75%药用酒精,用 12目筛制粒,40℃~ 50℃干

* Address: Zhang Shangbin, Shenzhen Hospital of TCM, Shenzhen

张尚斌,男,35岁。1988年毕业于北京中医学院中药系,分配于深圳市中医院从事医院制剂工作。1994年晋升为主管中药师,目前参与多个科研课题的研究,其中将原方胶囊剂改为冲服剂,并通过临床观察,其治疗效果有了显著提高。