

# 胃安胶囊的质量标准研究

巫伟平<sup>1</sup>, 肖忠平<sup>2\*</sup>

(1. 镇江中药厂, 江苏 镇江 212005; 2. 丹阳市药业有限责任公司, 江苏 丹阳 212300)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)06-0518-02

胃安胶囊由黄柏、山楂、枳壳等 8 味药材组成, 具有养阴益胃、补脾消炎、行气止痛之功效。为了控制其内在质量, 采用薄层层析法分别对枳壳、山楂、黄柏、芍药、黄精 5 味药材进行了定性鉴别。

## 1 仪器与试药

SB-3200型超声波清洗器 硅胶 G 硅胶 H(青岛海洋化工厂), 其余均为分析纯。样品: 批号为 990601 990602 由本厂提供。胃安胶囊阴性对照为本厂试验室制备。对照品与对照药材: 盐酸小檗碱、芍药苷、熊果酸、黄柏、山楂由中国药品生物制品检定所提供; 黄精、枳壳药材由本单位化验室鉴定。

## 2 实验方法

2.1 对照品的制备: 精密称取各对照品配制成熊果酸 1 mg/mL 的无水乙醇液, 盐酸小檗碱 0.5 mg/mL 的甲醇液, 芍药苷 1 mg/mL 的乙醇液。

2.2 样品溶液的制备: ① 取本品内容物 5 g, 加无水乙醇 20 mL, 回流 10 min, 过滤, 滤液浓缩, 定容至 1 mL, 即得。② 取本品内容物 2.5 g, 加乙醇 20 mL, 超声处理 0.5 h, 过滤, 滤液浓缩, 定溶至 2 mL, 即得。

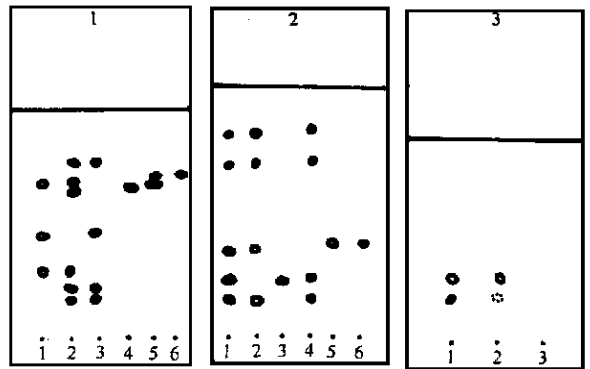
③ 取本品内容物 2.5 g, 加 60% 乙醇 20 mL, 回流 1 h, 滤过, 滤液浓缩至 1 mL, 即得。

2.3 对照药材溶液的制备: ① 取枳壳、山楂对照药材, 照 2.① 同法制备, 即得。② 取黄柏对照药材, 照 2.② 同法制备, 即得。③ 取黄精对照药材, 照 2.③ 同法制备, 即得。④ 阴性对照液的制备: 取缺枳壳、山楂的胃安胶囊, 照 2.① 同法制备即得。取缺黄柏、芍药的胃安胶囊, 照 2.② 同法制备即得。取缺黄精的胃安胶囊, 照 2.③ 同法制备即得。

## 3 薄层层析

3.1 在同一硅胶 H 板上分别点 2.① 样品、枳壳、缺枳壳阴性对照液、熊果酸、山楂和缺山楂阴性对照液各 10 $\mu$  L, 以环己烷-醋酸乙酯-冰醋酸 (17: 2: 1) 为展开剂, 按上行法展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 (365

nm) 下检视, 在与枳壳对照药材色谱中相应的位置上, 供试品有对应的斑点, 阴性对照无对应的斑点, 喷以 10% 硫酸乙醇液, 热风吹后, 在与熊果酸、山楂对照药材相应的位置上, 供试品显相应的斑点, 阴性对照液无对应斑点。见图 1-1



1 枳壳对照药材  
2 样品液  
3 缺枳壳对照  
4 熊果酸  
5 山楂对照药材  
6 缺山楂对照

1 样品液  
2 缺芍药对照  
3 芍药苷  
4 缺黄柏对照  
5 盐酸小檗碱  
6 黄柏对照药材

1 黄精对照药材  
2 样品液  
3 缺黄精对照

图 1 样品的薄层图

3.2 在同一硅胶 G 板上分别点 2.② 样品、盐酸小檗碱对照品、芍药苷对照品、缺黄柏的阴性对照液、缺芍药的阴性对照液和黄柏对照药材液各 5 $\mu$  L, 置以氨预饱和的层析缸内, 以氯仿-甲醇-醋酸乙酯 (8: 4: 1), 按上行法展开。取出, 晾干, 置紫外灯 (365 nm) 下检视, 在与盐酸小檗碱、黄柏对照药材相应的位置上, 供试品有对应的斑点, 阴性对照无对应的斑点, 喷以 5% 香草醛硫酸液, 热风吹后, 在与芍药苷相应的展开位置上, 供试品显相应的斑点, 阴性对照无对应斑点。见图 1-2

3.3 在同一硅胶 G 板上分别点 2.③ 样品溶液、黄精对照药材及缺黄精阴性对照液, 以正丁醇-冰醋酸-水 (4: 1: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以

\* 收稿日期: 2000-05-15

作者简介: 巫伟平, 男, 1992 年江苏省中药学校毕业, 助工, 江苏镇江中药厂质检科工作, 主要从事原药材及中成药质量研究, 在国家级刊物上发表过论文 3 篇。

2% 茛三酮乙醇液,热风吹至斑点清晰,供试品色谱中与黄精对照药材相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无对应斑点。见图 1-3

## 4 讨论

4.1 胃安胶囊收载于卫生部《药品标准》中药成方

制剂第八册,为完善其质量标准,在原来显微鉴别的基础上增加了 5 个药材专属性强的薄层色谱鉴别。

4.2 从薄层结果看,胃安胶囊中山楂、枳壳、黄柏、芍药、黄精的薄层鉴别,检出手段简便、可靠,可用于生产中的质量控制,并可作为本品质量控制标准。

# HPLC法测定枳实及其制剂中辛弗林含量

庄 炜,钱亚琴,王建红\*

(南京中山制药厂,江苏 南京 210012)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)06-0519-01

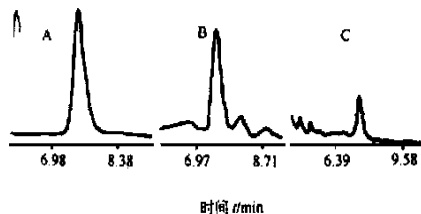
枳术颗粒是由枳实、白术等多味药材组成的复方制剂,是一种治疗胃病的新药。枳实来源于芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及栽培变种或甜橙 *C. sinensis* Osbeck 的干燥幼果,辛弗林为其有效成分之一。我们用 HPLC 测定辛弗林含量,结果准确,适用于枳实及其制剂枳术颗粒的含量测定。

## 1 仪器与试剂

高效液相色谱: 510 型泵, 486 紫外检测器, U6K 进样品(美国 Waters); 枳实(经本厂质监科鉴定为药典品种), 枳术颗粒(南京中山制药厂, 批号 991201, 000101, 000301), 辛弗林(中国药品生物制品检定所), 甲醇为色谱纯, 水为去离子水。

## 2 方法和结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: 4.6 mm×200 mm 内填 10<sup>5</sup> μm Hypersil C<sub>18</sub>(大连依利特公司), 流动相: 甲醇-水(水中含 0.02% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>及 0.1% 十二烷基磺酸钠, 5:2), 检测波长: 224 nm, 柱温: 室温, 流量: 0.6 mL/min, AUFS 0.04。样品分离色谱见图 1。



A-辛弗林对照 B-枳实药材 C-枳术颗粒

图 1 高效液相色谱图

2.2 线性关系: 精密称取辛弗林对照品, 用流动相配成 0.010 32 mg/mL 的溶液, 按上述色谱条件测定, 以辛弗林含量为横坐标, 峰面积积分为纵坐标, 结果辛弗林在 0.031~0.134 μg 呈线性关系。回归方程为  $Y = 1.93 \times 10^7 X + 47074$ ,  $r = 0.9999$ 。

2.3 精密度试验: 精密吸取同一对照溶液, 重复进样 5 次, 峰面积积分值  $RSD = 1.66\%$ 。

2.4 加样回收试验: 精密称取已知含量的样品, 定量加入标准品溶液, 依法测定, 结果平均回收率为 99.13%,  $RSD = 1.27\%$  ( $n = 5$ )。

2.5 样品处理及测定: 将样品研细, 过 5 号筛, 精密称取 0.5 g, 加流动相 20 mL, 超声处理 20 min, 过滤, 残渣用流动相分次洗涤, 合并定容至 50 mL, 作为供试品溶液。精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 结果 3 批样品中辛弗林含量为 0.707 mg/g,  $RSD = 0.05\%$ ; 0.460 mg/g,  $RSD = 2.39\%$ ; 0.646 mg/g,  $RSD = 1.03\%$ 。

2.6 枳实原料含量测定: 将枳实打成粉, 过 5 号筛, 精密称取 0.1 g, 同法检查, 结果含量为 6.222 mg/g,  $RSD = 1.07\%$ 。

## 3 讨论

3.1 实验结果表明甲醇-水(水中含 0.02% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>及 0.1% 十二烷基磺酸钠)(5:2)提取率为高。

3.2 流动相: 以水中含 0.02% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 结果为佳。

3.3 含量测定结果, 供试品中辛弗林含量差异较大, 这可能是与生产时所用药材、工艺等因素有关。

\* 收稿日期: 2000-05-12

作者简介: 庄 炜, 男, 1991年毕业于南京中医学院中药鉴定专业, 并获得学士学位。现在南京中山制药厂技术开发部任职, 工程师, 主要从事中药新药的研制、开发与报批, 在国内公开刊物上发表论文 6 篇。Tel (025) 2407443