

3.6.1 药材的加样回收试验:精密称取 5 份知母药材粉末,分别加入一定量的对照品溶液,按上述方法测定,计算回收率,结果为 100.5%, $RSD=1.5\%$ 。

3.6.2 制剂的加样回收试验:精密称取 5 份制剂样品,每份 1 g,分别加入 2 mL 对照品溶液 (1.1 mg/mL),按上述方法测定,计算回收率,结果

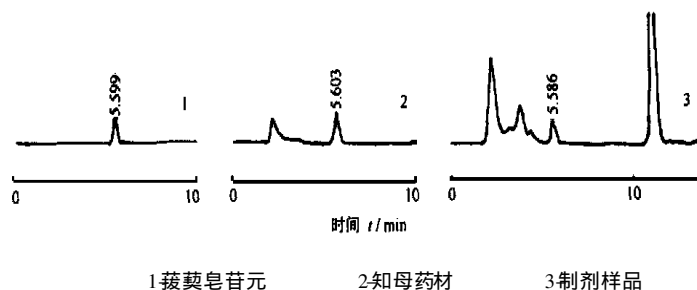


图 1 样品色谱图

为 91.38%, $RSD=0.7\%$

3.7 样品含量测定

3.7.1 药材的含量测定:对知母不同产地药材及对照药材按上述方法测定,结果见表 1

表 1 药材的含量测定 ($n=3$)

名称	产地	菝葜皂苷元 (mg/g)	$RSD(\%)$
知母对照药材	检定所	19.68	1.15
知母药材 (盐炒)	吉林	10.21	3.61
知母肉	安国	10.10	1.40
知母肉	安国	12.19	1.07
知母	长春	15.42	0.60

3.7.2 制剂的含量测定:对自制的 3 批制剂样品及市售大补阴丸按上述方法测定,结果见表 2

表 2 制剂的含量测定 ($n=3$)

批号	菝葜皂苷元 (mg/g)	$RSD(\%)$
自制 0101	3.58	5.03
自制 0102	2.95	0.58
自制 0103	2.63	1.54
大补阴丸	2.40	3.79

4 讨论

4.1 前处理方法的优选:由于 ELSD 检测器是一种通用型检测器,因此样品前处理对分离结果至关重要。本文曾选用石油醚-正丁醇、乙醚-正丁醇等提取系统对制剂进行前处理,结果均不理想。采用本文确定的方法,经对乙醇提取次数及苯提取次数的考察,确定为乙醇提取 3 次,水解后,苯提取 2 次最佳。

4.2 流动相的优选:根据文献的溶剂系统,采用甲醇为流动相。曾试用甲醇-水、甲醇-乙腈、甲醇-乙腈-水及甲醇-四氢呋喃等系统为流动相,均可达到一定的分离,但效果不够理想。由于 ELSD 检测的信号是溶剂挥发后的溶质粒子,因此流动相浓度的变化不会引起基线的明显漂移,所以对于复杂难分离成分的检测可以考虑采用上述溶剂系统梯度洗脱方式加以测定。

参考文献:

- [1] 边际,徐绥绪.知母化学及药理研究进展[J].沈阳药学院学报,1993,10(2):141-144.
- [2] 王天勇,杨文远.反相高效液相色谱法分离测定知母中菝葜皂苷元[J].中药材,1996,19(9):460-461.

安神补心胶囊的 X 射线衍射 Fourier 谱分析

赵斌¹,张惠燕²,李兰燕¹,郑启泰¹,吕扬¹

(1. 中国医学科学院 中国协和医科大学药物研究所,北京 100050 2. 国家药典委员会,北京 100061)

摘要:目的 鉴定和控制安神补心胶囊的质量和标准。方法 采用粉末 X 射线衍射 Fourier 图谱分析方法,给出安神补心胶囊的 X 射线衍射 Fourier 图谱的几何拓扑图形及其衍射特征标记峰值。结果 对 2 个厂家生产的各 3 批样品粉末 X 射线衍射 Fourier 图谱分析能够表示中成药中全部成分的整体结构信息。结论 以此可以对安神补心胶囊实现质量的微观鉴定和控制。

关键词: 中成药;安神补心胶囊;X 射线衍射

收稿日期: 2001-03-06

基金项目: 国家教委博士点项目基金资助

作者简介: 吕扬 (1959-),女,研究员,研究方向为药物 (大分子与小分子) 单晶 X 射线衍射结构分析,粉末 X 射线衍射分析和计算机辅助药物设计。先后承担 8 项国家和部委级研究课题。在国内外学术刊物上已发表研究论文 118 篇。获得部、省级等科研奖励 6 项。

通讯联系: Tel (010) 63165212 E-mail luyang_inmm@sohu.com

中国分类号: R927. 2, R927. 11

文献标识码: B

文章编号: 0253- 2670(2001) 10- 0891- 03

Powder X-ray diffraction Frouier pattern analysis of ANSHEN BUXIN CAPSULE

ZHAO Bin¹, ZHANG Hui-yan², LI Lan-yan¹, ZHENG Qi-tai¹, LU Yang¹

(1. Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Sciences, Beijing 100050, China; 2. The Chinese Pharmacopoeia Commission of the People's Republic of China, Beijing 100061, China)

Key words Chinese patent medicine; ANSHEN BUXIN CAPSULE^{*}; X-ray diffraction
^{*} ANSHEN BUXIN CAPSULE is a recipe of Chinese herbs. It has the function of supplementing Qi and nourishing Yin, tranquilizing the mind by nourishing the blood, reducing fever and relieving restlessness. It is used in the treatment of vertigo and tinnitus, palpitation and vexation, and insomnia and amnesia *etc.* .

安神补心胶囊是在“安神补心丸”的基础上,经研究改进剂型后的新药,可治疗眩晕耳鸣、心悸心烦、失眠健忘等病症。它由丹参、五味子、石菖蒲、菟丝子、合欢皮、夜交藤、珍珠母、女贞子、生地黄、墨旱莲等 10 味中药材配伍而成^[1]。现有的安神补心胶囊质量控制是应用薄层扫描和高效液相通过对组分中所含的几个化学成分进行检测,缺乏整体控制与评价其质量的标准。本研究通过应用粉末 X 射线衍射 Fourier 图谱分析方法对 2 个厂家生产的各 3 个批号的安神补心胶囊样品进行 X 射线衍射 Fourier 图谱分析计算,获得了安神补心胶囊全部组分的 X 衍射 Fourier 图谱的几何图形拓扑规律及特征标记峰值,以此可以作为鉴定和控制其质量的标准。

1 材料与方法

1. 1 材料:取市售的 2 个厂家生产的各 3 个批号的安神补心胶囊,样品编号、图号、生产厂家及生产批号等见表 1。对上述样品经研磨,过 100 目筛制成细粉供粉末 X 射线衍射实验用。

表 1 安神补心胶囊样品的编号、图号、生产厂家及批号

编号	图号	生产厂家	生产批号
1	1a	北京协和康友制药有限公司	20000310
2	1b	北京协和康友制药有限公司	20000320
3	1c	北京协和康友制药有限公司	20000404
4	1d	北京大恒倍生制药厂	000101
5	1e	北京大恒倍生制药厂	000102
6	1f	北京大恒倍生制药厂	000103

1. 2 实验仪器: Rigaku 粉末 X 射线衍射仪 D/max-2400。实验条件: CuK α_1 辐射,石墨单色器,管压 40 kV,管流 150 mA,扫描速度 8°/min,步长 0. 02°,扫描范围 3°~ 60°。获得相应的安神补心胶囊的粉末 X 射线衍射付里叶图谱。

2 分析与结果

2. 1 1[#]~ 3[#] 样品,其 X 射线衍射 Fourier 图谱见图 1a~ 1c,相应的衍射峰 [d/(1/b)] 如下,“^{*}”表示存在衍射峰但未标出峰值(下同)。

1[#]: 4. 23/77^{*} Δ ,^{*},^{*}, 3. 66/59^{*},^{*}, 3. 34/

100^{*} Δ , 3. 26/46, 3. 21/45^{*}, 3. 15/41, 2. 816/36, 2. 771/41^{*}, 2. 558/36^{*}, 2. 451/32^{*} Δ ,^{*}, 2. 274/32^{*} Δ , 2. 239/33^{*} Δ , 2. 191/31^{*}, 2. 125/32^{*} Δ , 2. 023/26,^{*} Δ , 1. 902/23, 1. 839/21, 1. 817/21^{*} Δ 。

2[#]: 4. 27/98^{*} Δ ,^{*}, 3. 77/82^{*}, 3. 66/64^{*}, 3. 48/56^{*}, 3. 35/100^{*} Δ , 3. 25/59, 3. 21/59^{*}, 2. 976/44, 2. 776/47^{*}, 2. 557/51^{*}, 2. 472/45,^{*} Δ , 2. 426/44, 2. 376/43^{*}, 2. 282/42^{*} Δ , 2. 243/40^{*} Δ , 2. 203/32^{*},^{*} Δ , 2. 030/30, 1. 975/34^{*} Δ , 1. 906/26, 1. 822/28^{*} Δ 。

3[#]: 4. 24/100^{*} Δ , 4. 12/78^{*},^{*}, 3. 65/57^{*},^{*}, 3. 34/86^{*} Δ ,^{*}, 3. 17/50, 2. 925/42, 2. 779/38^{*}, 2. 728/38, 2. 568/37^{*}, 2. 461/38^{*} Δ , 2. 427/38, 2. 369/36^{*}, 2. 278/34^{*} Δ , 2. 245/32^{*} Δ , 2. 232/34, 2. 202/32, 2. 125/43^{*} Δ , 2. 020/28^{*}, 1. 977/26^{*}, 1. 956/27, 1. 842/23, 1. 819/24^{*} Δ 。

2. 2 4~ 6 样品,其 X 射线衍射 Fourier 图谱见图 1d~ 1f,相应的衍射峰值为:

4[#]: 4. 27/93^{*} Δ ,^{*}, 3. 77/71^{*}, 3. 66/67^{*}, 3. 48/57^{*}, 3. 35/100^{*} Δ , 3. 22/68^{*}, 2. 974/52, 2. 934/50,^{*}, 2. 738/43,^{*}, 2. 455/42^{*} Δ ,^{*}, 2. 295/39,^{*}, 2. 246/36^{*} Δ , 2. 222/36,^{*}, 2. 130/34^{*} Δ , 2. 002/32, 1. 982/31^{*} Δ , 1. 957/30, 1. 938/29, 1. 824/24^{*} Δ , 1. 797/23, 1. 673/21, 1. 544/18。

5[#]: 4. 26/96^{*} Δ ,^{*}, 3. 78/83^{*}, 3. 65/79^{*},^{*}, 3. 35/100^{*} Δ , 3. 26/58, 3. 19/61^{*}, 2. 956/53, 2. 914/50,^{*}, 2. 737/48,^{*}, 2. 454/48^{*} Δ , 2. 434/46, 2. 373/44^{*}, 2. 286/41^{*}, 2. 241/42^{*} Δ , 2. 217/40, 2. 195/38^{*},^{*} Δ , 2. 036/34, 1. 976/35^{*} Δ , 1. 955/31, 1. 824/31^{*} Δ 。

6[#]: 4. 27/97^{*} Δ , 4. 11/100^{*},^{*}, 3. 65/64^{*}, 3. 47/59^{*}, 3. 35/89^{*} Δ , 3. 21/51^{*}, 2. 831/43, 2. 769/43^{*}, 2. 738/40, 2. 558/45^{*}, 2. 440/40^{*} Δ , 2. 366/38^{*}, 2. 288/39^{*} Δ , 2. 241/37^{*} Δ , 2. 218/33, 2. 194/

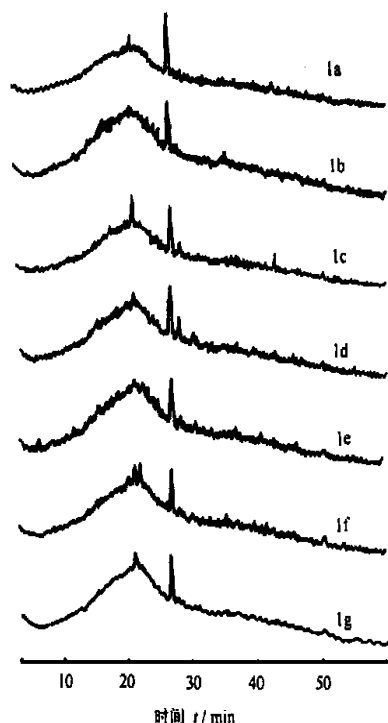


图 1 安神补心胶囊的 X 衍射 Fourier 图谱

38° , $2.132/34^\circ$, $2.035/28^\circ$, $1.823/25^\circ$ 。

分析比较 2 个厂家共计 6 个批号样品安神补心胶囊的 X 衍射 Fourier 图谱,发现它们具有一致的几何拓扑衍射图形,并且共同存在的衍射峰有 17 个(记为 *),在这些样品的衍射峰值中还发现含有 α -石英 (PDF 05-0490)的衍射峰(记为 $^\Delta$)

3 讨论

3.1 分析安神补心胶囊的 X 衍射 Fourier 图谱,得到其特征几何拓扑图形(图 1g);将 2 个厂家 6 个批号的安神补心胶囊样品中共存的 17 个衍射峰作为安神补心胶囊的衍射特征标记峰,约占总衍射峰的 60~80%。

3.2 计算安神补心胶囊样品的 17 个特征标记峰的

平均值为: $4.26/96^\circ$, $4.11/89^\circ$, $3.77/79^\circ$, $3.66/67^\circ$, $3.48/57^\circ$, $3.35/100^\circ$, $3.21/57^\circ$, $2.772/44^\circ$, $2.559/44^\circ$, $2.455/42^\circ$, $2.372/40^\circ$, $2.281/38^\circ$, $2.242/37^\circ$, $2.197/35^\circ$, $2.128/35^\circ$, $1.977/31^\circ$, $1.821/26^\circ$,以此作为其特征峰值。由安神补心胶囊的 17 个 X 衍射特征标记峰与 X 衍射 Fourier 图谱几何拓扑构成安神补心胶囊的标准 X 衍射 Fourier 图谱^[2~4]。

3.3 在安神补心胶囊的特征标记峰值中包含 α -石英的衍射峰,(记为:安神补心胶囊- α -石英)其值为: $4.26/96^\circ$ - $4.26/35^\circ$, $3.35/100^\circ$ - $3.34/100^\circ$, $2.455/42^\circ$ - $2.458/12^\circ$, $2.281/38^\circ$ - $2.282/12^\circ$, $2.242/37^\circ$ - $2.237/6^\circ$, $2.128/35^\circ$ - $2.128/9^\circ$, $1.977/31^\circ$ - $1.980/6^\circ$, $1.821/26^\circ$ - $1.817/17^\circ$ 它们的相对强度存在较大的差别,说明安神补心胶囊的这些衍射峰除表示含有 α -石英外还存在其它的化学成分,这些峰均是叠加的衍射峰, α -石英可能源于丹参等根类药材。

3.4 对照不同批号、不同厂家样品的衍射图,存在峰强度的起伏及部分非特征标记峰,这说明由于所用中药材在成分和含量上的差别导致中药材的衍射图谱的拓扑特征具有一定的起伏^[5],使得中成药的 X 衍射图谱具有相应的模糊性质。

3.5 安神补心胶囊的标准 X 衍射 Fourier 谱可用于对其宏观质量的控制,并可与现有的检测指定化合物含量相互佐证,以期全面、客观地评价和控制其质量。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国药典 [S]. 2000 年版一部。
- [2] 吕 扬,郑启泰,章 菽,等. 中药材山奈的 X 衍射付里叶图分析 [J]. 药学报, 1998, 33(8): 587-590.
- [3] 郑笑为,吕 扬,张 继,等. 4 种人工牛黄的 X 的衍射 Fourier 谱分析 [J]. 中成药, 2000, 22(5): 371-373.
- [4] 吕 扬,张慧燕,蒙 根,等. 金水宝胶囊的 X 射线粉末衍射 Fourier 图谱分析研究 [S]. 中国药品标准, 2000, 1(1): 47-51.
- [5] 吕 扬,郑启泰,吴 楠,等. 中药材 X 射线衍射图谱研究 [J]. 药学报, 1997, 32(3): 193-198.

欢迎订阅《中成药》杂志

《中成药》杂志是由国家药品监督管理局主管,国家药品监督管理局信息中心中成药信息站主办的国家期刊,国内外公开发售。《中成药》杂志 2000 年度被再次确认为全国中文核心期刊,并多次被评为中国自然科学核心期刊,在全国 110 种中国医学期刊中列为第 5 位。

《中成药》杂志主要报道中成药的工艺研究、质量标准、药理作用、临床应用的研究进展,以及中成药的最新法规和政策。是一本有关中药研究发展的专业期刊。主要订阅对象:国内外医药界专家、学者;从事中成药科研、生产、教育工作者;也可供临床医生用药参考。

2000 年《中成药》杂志扩版至 88 页,定价为 10 元。欢迎订购!

国内邮发代号: 4-249 国外代号: M 1093

编辑部地址: 上海市汉口路 239 号 129-131 室

邮编: 200002

电话: (021) 63213275 传真: (021) 63213363

E-mail: med@sth.sh.cn