

活血止痛胶囊的质量标准研究

- ★ 李石蓉 (江西省南昌市第一医院 南昌 330008)
★ 刘春祥 (江西省食品药品监督管理局培训中心 南昌 330046)
★ 黄小兰 (江西省南昌市药品检验所 南昌 330003)

关键词:活血止痛胶囊;当归;三七;冰片;薄层色谱

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

活血止痛胶囊由当归、三七等 6 味中药组成,具有活血瘀、消肿止痛的功效,用于跌打损伤、瘀血肿痛等。为了控制质量,采用薄层色谱法对当归、三七、冰片进行定性鉴别。

1 实验材料

FA2004 电子天平;SB5200 超声清洗器。

试药:当归对照药材(批号 781-200210),三七皂苷 R_1 对照品(批号 743-200208),人参皂苷 R_{b1} 对照品(批号 704-200215),人参皂苷 R_{g1} 对照品(批号 704-200221),冰片(743-8902),均由中国药品生物制品检定所提供;活血止痛胶囊(南昌市洪都中医院院内制剂,批号 20030812、20030814、20030816);所用试剂均为分析纯;硅胶 G 为青岛海洋化工厂生产。

2 方法与结果

2.1 当归的鉴别

2.1.1 供试品溶液的制备 取本品内容物 6 g,加乙醚 20 mL,超声处理 15 分钟,滤过,滤液挥干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 阴性对照品溶液的制备 除当归外,其余各药按处方量投料制成阴性对照品,再取阴性对照品 6 g,按上法制得阴性对照溶液。

2.1.3 对照品溶液的制备 取当归对照药材 0.2 g,加乙醚 20 mL,超声处理 15 分钟,滤过,滤液挥干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,作为对照品溶液。

2.1.4 鉴别 依照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正乙烷-醋酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置($R_{f1}=0.38$, $R_{f2}=0.43$)上,均显亮蓝色的荧光斑点。

2.2 三七的鉴别

2.2.1 供试品溶液的制备 取当归鉴别项下乙醚提取后的残渣,挥尽乙醚,加甲醇 30 mL,加热回流 30 分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水 10 mL,微热使溶解,加水饱和的正丁醇提取 2 次,每次 15 mL,合并正丁醇液,用氨试液 25 mL 洗涤,弃去氨溶液,用正丁醇饱和的水洗涤 2 次,每次 25 mL,正丁醇液

蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.2.2 阴性对照品溶液的制备 除去三七外,其余各类药按处方量投料制成阴性对照品,再取阴性对照品 6 g,按上法制得阴性对照品溶液。

2.2.3 对照品溶液的制备 取三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 R_{b1} 对照品、人参皂苷 R_{g1} 对照品,加甲醇制成每 1 mL 各含 1 mg 的溶液,作为混合对照品溶液。

2.2.4 鉴别 依照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述 3 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(13:7:2)10 $^{\circ}$ C 以下放置过夜的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以硫酸乙醇溶液(1 $\rightarrow$ 10),于 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品谱中,在与对照品色谱相应的位置上($R_{f1}=0.2$, $R_{f2}=0.4$, $R_{f3}=0.5$),显相同紫褐的斑点;置紫外光灯(365 nm)下检视,显相同黄绿色的荧光斑点。

2.3 冰片的鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备 取本品内容物 1 g,加石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)15 mL,超声处理 5 分钟,滤过,滤液低温浓缩至约 1 mL,作为供试品溶液。

2.3.2 阴性对照品溶液的制备 除冰片外,其余各药按处方量投料制成阴性对照品,再取阴性对照品 1 g,按上法制得阴性对照品。

2.3.3 对照品溶液的制备 取冰片对照品,加石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3.4 鉴别 依照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述 3 种溶液各 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯(19:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热数分钟。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上($R_{f1}=0.4$, $R_{f2}=0.45$),显相同紫色的斑点。

3 讨论

应用薄层色谱法对本品中当归、三七、冰片进行定性鉴别,方法简便;结果清晰,重现性好,为确保药品质量提供了依据。

(收稿日期:2005-02-11)