

复方虫草珍珠胶囊质量标准的研究

刘志红 党应川(兰州药品监督检验所 兰州 730030)

摘要 本文采用薄层色谱法对复方虫草珍珠胶囊中的主药进行了定性鉴别,并采用薄层扫描法对其中的甘草酸进行了含量测定,方法简便,重现性好,回收率为 98.44%,变异系数为 2.76%,此方法可作为该制剂的质量控制标准。

关键词 复方虫草珍珠胶囊 甘草酸 薄层扫描法

Studies on Quality Standary of Compound Chongcao Zhenzhu Capsules

Liu Zhihong and Dang Yingchuan(Langzhou institute for drug control Langzhou,730030)

Abstract: The main components were identified by TLC methods. The content of glycyrrhizic acid in the capsule was also determined by TLC-scanning. These methods are simple with a good reproducibility, recovery 98.44% and *RSD* 2.76%. The methods are available for quality control of this standard.

Key words: compound Chongcao Zhenzhu capsules, Glycyrrhizic acid, TLC-scanning

复方虫草珍珠囊经多年临床应用,证明其具有显著的抑制,杀灭肝炎病毒,增强机体免疫力,保肝、抗肝纤维化之功效。复方虫草珍珠胶囊是由苦味叶下珠(同属植物常称作珍珠草),冬虫夏草,甘草甜素等多味药材及成分组成的复方制剂,为控制其内在质量,本文建立了苦味叶下珠,冬虫夏草等的定性鉴别方法。据文献报道^[1],甘草酸具有改善肝功能,抑制乙肝表面抗原(HB_sAg),使HB_e抗原转阴,并可出现HB_e抗体等功能,广泛用于急、慢性肝炎,为该处方中的主要活性成分,其商品常为甘草酸的铵盐,故而本文采用薄层扫描法,以甘草酸单铵盐为对照,对方中的甘草酸进行了含量测定,该方法可排除处方中其它成分的干扰,重现性好,快速简便。

1 仪器与试剂

CS-930型薄层扫描仪(日本岛津);定量点样毛细管(美国Drummond公司);硅胶G、GF₂₅₄薄层板(青岛海洋化工厂),甘草酸单铵盐对照品(中国药品生物制品检定所);苦味叶下珠为大戟科植物苦味叶下珠(*Phyllanthus amarus*)的干燥全草;冬虫夏草为麦角菌科真菌冬虫夏草(*Cordyceps sinensis* (Berk.) Sacc. 寄生在蝙蝠蛾科昆虫幼虫上的子座及幼虫尸体的干燥复合体;(由本所中药室鉴定);复方虫草珍珠胶囊由兰州市肝病研究所提供;所用试剂均为AR级。

2 定性鉴别

2.1 苦味叶下珠 取本品内容物2g,加甲醇20ml超声提取20min,过滤,滤液作为供试品溶液。另取苦味叶下珠对照药材1g,及按处方比例制得不含苦味叶下珠的阴性对照品,同法分别制成对照药材溶液,阴性对照液。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,以环己烷-氯仿-丙酮(5:3:3)展开,取出,晾干,在紫外灯(365nm)下观察,供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的深红色荧光斑点,阴性对照液无干扰。如图1。

2.2 冬虫夏草 取本品内容物,置显微镜下观察,可见菌丝白色,细长,分枝或不分枝,直径1.3~3 μ m,或由排列紧密或疏松的菌丝组成的不规则形碎块,虫体组织碎片多呈不规则的多角形,淡黄色。本品显微特征与冬虫夏草对照药材相同(图略)。

2.3 甘草甜素的鉴别 取本品内容物约1g,加15ml80%乙醇超声提取30min,放冷,过滤,滤液作为供试品溶液。另取甘草酸单铵盐,用80%乙醇溶解制成每ml含1mg的对照品溶液。另按处方比例制得不含甘草甜素的阴性对照品,同法制成阴性对照液,吸取上述3种溶液各5 μ l,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以正丁醇-醋酸-水(6:1:3)上层液展开,取出,晾干,在紫外灯(254nm)下观察,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的暗斑点,如图2。

3 含量测定

3.1 实验条件 薄层色谱条件:硅胶GF₂₅₄薄层板;展开剂正丁醇-醋酸-水(6:1:3)上层液;紫外灯(254nm)下定位。薄层扫描条件: $\lambda_s=255\text{nm}$, $\lambda_R=300\text{nm}$, $S_X=3$,狭缝1.2mm $\times$ 1.2mm,双波长反射法锯齿扫描。

3.2 空白实验 制备全方缺甘草甜素的空白样品,依法制空白溶液,依法测定,实验证明,空白无干扰。

3.3 对照品溶液与样品溶液的制备 精密称取甘草酸单铵盐对照品5.26mg,用80%乙醇溶解制成每ml含1.05ml的对照品溶液。精密称取胶囊内容物0.8g,加15ml80%乙醇超声提取30min,放冷,过滤,滤液定容至25ml,作为样品溶液。

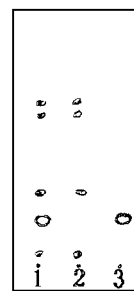


图1 苦味叶下珠TLC图谱
1. 样品
2. 苦味叶下珠
3. 阴性对照液

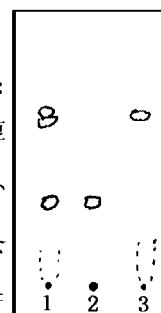


图2 甘草(甜素)TLC图谱
1. 样品
2. 甘草酸单铵盐
3. 阴性对照

3.4 线性关系考察 精密吸取上述对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0 μ l 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,按上述条件展开,定位,扫描,测定。结果浓度与峰面积积分值经回归分析,得线性方程为: $Y=4350.2x+735.71$,相关系数 $r=0.9974$ 。表明甘草酸单铵盐在 1.05~7.35 μ g 之间具有良好的线性关系。

3.5 稳定性实验 取样品溶液适量点于薄层板上,展开,定位后,立即测定并在室温下放置,每隔 0.5~1h 测定 1 次,扫描得 $\bar{x}=12071$, $RSD=1.62\%$ ($n=5$),结果表明峰面积积分值在 3h 内稳定。

3.6 精密度实验,精密吸取甘草酸单铵盐对照品溶液 4 μ l,分别点于同一薄层板上,共点 6 个点,展开,扫描,得峰面积积分值 $\bar{x}=19959$, $RSD=1.25\%$ ($n=6$)。另分别点等量的对照品溶液于 5 块薄层板上,展开,扫描,得峰面积积分值 $\bar{x}=19382$ $RSD=2.6\%$ ($n=5$)。

3.7 重现性实验 取同一批号的样品进行 5 次平行实验,按样品测定项下的方法测定甘草酸的含量,结果 $\bar{x}=1.4\%$, $RSD=2.77\%$ ($n=5$)。

3.8 样品测定 分别吸取上述对照品溶液 2 μ l,4 μ l 与样品溶液 4 μ l,8 μ l 交叉点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,按上述色谱,扫描条件展开,取出,晾干,扫描,测定了 4 批样品中甘草酸的含量,结果见表 1。

表 1 复方虫草珍珠胶胶囊中甘草酸含量(%)

批号	9501	9502	9607	9702
含量	1.45	1.40	1.32	1.38

$n=3$

3.9 回收率实验 取已知含量的样品 5 份,

每份 0.8g,定量加入甘草酸单铵盐对照品,按样品液制备和测定方法进行扫描测定,其平均回收率为 98.44%, $RSD=2.76$,结果见表 2。

表 2 回收率实验

编号	样品量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}\%$	RSD (%)
1	14.11	13.82	97.94		
2	12.60	12.15	96.43		
3	12.94	13.39	103.48	98.44	2.76
4	14.31	13.70	95.74		
5	12.96	12.78	98.61		

4 讨论

4.1 苦味叶下珠 为非药典品种,国外报道较多,国内近年也有报道^[2],具有抑制乙肝病毒等功效。此药药理研究较多,但对其鉴别方法未见报道,本文通过对展开剂进行比较,筛选,建立了苦味叶下珠薄层鉴别方法,得到比较满意的色谱图,阴性无干扰,方法简便。

4.2 该制剂中几个批号的样品中甘草酸含量有一定差异,可能与甘草甜素本身质量有关,说明有必要控制甘草酸含量,在样品测定时,采用该方法用缺甘草甜素制成的空白液薄层展开后,在对照品相对应的位置上扫描,255nm 处无吸收,表明此方中其它成分对本测定无干扰。

参考文献

- 1 李铁民. 甘草提取物及其衍生物的抗病毒研究现状. 中草药,1994,25(12):655~668
- 2 郑敏. 中药及其有效成分抗病毒研究进展. 中草药,1998,29(9):632~635

(收稿:1998-10-05)