

· 方药纵横 ·

熄风胶囊中 天麻 石菖蒲的薄层鉴别

张德芹 戚爱棣 王天舒
(天津中医学院 300193)

摘要 本文分别以氯仿- 甲醇(3:1)、石油醚- 乙酸乙酯(8:2)为展开剂,结果分离良好,斑点清晰,方法简便可靠,重现性好。

关键词 熄风胶囊 天麻 石菖蒲 薄层 鉴别

中图分类号: R282.5 文献标识码: B

文章编号: 1005-7145(2001)01-0041-02

天津中医学院第一附属医院儿科开展小儿癫痫的中药复方研究近二十年,首次提出了扶正祛痰的治疗大法,并成功的研制了“小儿抗痫胶囊”^[1],该药具有广谱抗癫痫作用。在此基础上,针对小儿癫痫大发作的特点,又提出了熄风止痉、逐痰开窍、益肾填精的治疗大法,组成“熄风胶囊”。熄风胶囊由天麻、石菖蒲、紫河车等药组成,具有熄风止痉、逐痰开窍、益肾填精之功效,可用于癫痫、急慢性惊风、抽动症、脑炎后遗症等。天麻、石菖蒲为方中主药,其抗惊厥有效成分分别为天麻素和 α -细辛醚^{[2][3]}。为了控制产品质量,确保临床疗效,本文对熄风胶囊中天麻、石菖蒲进行了定性研究,建立了对其中所含有效成分天麻素和 α -细辛醚的薄层色谱鉴别方法,可作为该药质量控制的指标之一。

1 仪器与材料

1.1 仪器 KQ-250B型超声波发生器(昆山市超声仪器有限公司),FA1004型电子天平(上海天平仪器厂),薄层色谱展开槽,80-1型离心机(上海手术器械厂)。

1.2 材料 硅胶-G 0.5% CMC-Ca板(自制);天麻、石菖蒲药材(购自天津市药材公司),熄风胶囊(天津中医学院第一附属医院药厂制备),天麻素对照品(购自中国药品生物制品检定所), α -细辛醚对照品(中国药科大学药物分析研究室丁黎老师提供),氯仿、甲醇、石油醚、乙酸乙酯等试剂均为分析纯。

2 天麻素薄层色谱鉴别

2.1 供试液的制备

2.1.1 熄风胶囊成品供试液的制备 称取熄风胶囊内容物3克,研细,置于三角瓶中,加甲醇30ml,超声处理40min,静置过夜,提取浓缩至干,残渣加2ml甲醇使溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 天麻药材供试液的制备 取天麻药材粗粉3克,同

熄风胶囊成品供试液法制得天麻药材供试液。

2.2 天麻空白对照液的制备 按处方规定的配比称取各味药材,去掉天麻,按原方制备工艺制得天麻熄风胶囊颗粒,取样品3克,研细,同熄风胶囊成品供试液制得天麻空白对照液。

2.3 天麻素对照品溶液的制备 称取天麻素对照品0.98mg,加甲醇溶解并定容至10ml,制成浓度为0.98mg/ml的对照品溶液。

2.4 层析条件 硅胶G板于105℃活化30min,置干燥器中备用,展开剂为氯仿-甲醇(3:1),显色剂为10%磷钼酸乙醇溶液,显色条件105℃烘箱中烘5min。

2.5 薄层定性 分别用微量进样器吸取熄风胶囊成品供试液15 μ l,天麻素对照溶液10 μ l,天麻药材供试液10 μ l,天麻空白对照液10 μ l,分别点于同一硅胶板上,按上述色谱条件展开,展距9.0cm,取出挥尽溶剂后以10%磷钼酸乙醇显色,105℃烘箱中烘5min,可见光下观察,结果供试品与天麻素对照品在相同位置上显相同颜色的蓝色斑点,天麻空白对照品在相同位置上无同样斑点。

3 α -细辛醚薄层色谱鉴别

3.1 供试液的制备

3.1.1 熄风胶囊成品供试液的制备 称取熄风胶囊内容物6克,置索氏提取器中,用乙酸乙酯80ml回流3h,提取液减压浓缩至干,残渣加乙酸乙酯2ml使溶解,作为供试品溶液。^[4]

3.1.2 石菖蒲药材供试液的制备 取石菖蒲药材粗粉6克,同熄风胶囊成品供试液法制得石菖蒲药材供试液。

3.2 石菖蒲空白对照液的制备 按处方规定的配比称取各味药材,去掉石菖蒲,按原方制备工艺制得石菖蒲熄风胶囊颗粒,取样品6克,研细,同熄风胶囊成品供试液法制得天麻空白对照液。

3.3 α -细辛醚对照品溶液的制备 称取 α -细辛醚对照品11.2mg,加甲醇溶解并定容至10ml,制成浓度为1.12mg/ml的对照品溶液。

3.4 层析条件 硅胶G板于105℃活化30min,置干燥器中备用,展开剂为石油醚-乙酸乙酯(8:2),碘蒸气显色。

3.5 薄层层析 分别用微量进样器吸取 α -细辛醚对照品溶液7.9 μ l,熄风胶囊成品供试液8.2 μ l,石菖蒲药材供试液7.4 μ l,石菖蒲空白对照液10 μ l,分别点于同一硅胶板上,按上述色谱条件展开,展距9.0cm,取出挥尽溶剂后以碘蒸气显色,可见光下观察,结果供试品与 α -细辛醚对照品在相同位置上显相同颜色的橘黄色斑点,石菖蒲空白对照品在相同位置上无同样斑点。

4 结论和讨论

熄风胶囊成分复杂,天麻和石菖蒲为方中要药,其有效成分为天麻和 α -细辛醚,可采用天麻素、 α -细辛醚薄层色

谱鉴别法对该制剂的主药药味进行定性鉴别及质量监控。本方法简便可靠,重现性好,为下一步定时试验打下了良好的实验基础。选择天麻素和 α -细辛醚作为代表成分,既符合熄风胶囊的中医组方原则,即熄风止痉和逐痰开窍,又符合这两种主要成分的现代药理研究结果。

参考文献

- 1 马融 小儿癫痫 421 例临床观察 中国药理学, 1994; 9(2): 22
- 2 尚伟芬 天麻药理作用研究进展 中草药, 1997; 28(10): 629
- 3 杨晓燕 石菖蒲的药理作用研究概况 中成药, 1998; 20(12): 36
- 4 丁黎 GC 法测定石菖蒲及其挥发油, 1995; 27(6): 307

(收稿日期: 2000-12-05)

高效液相色谱法 测定非那甾胺含量的研究

何永志

(天津中医学院 300193)

刘新元

(天津蓝恒医药化工技术研究所 300204)

关键词 非那甾胺 含量测定 高效液相色谱

中图分类号: R34 文献标识码: B

文章编号: 1005-7145(2001)01-0042-02

非那甾胺(Finasteride), 化学: 17β -(N-叔丁酰受)-4-氮杂-5 α -雄甾-1-稀-3-酮, 由美国Merck公司在80年代末开发, 是世界上第一个 5α -还原酶抑制剂, 1992年起相继在世界各地上市, 是治疗良性前列腺增生的有效药物。本品能有效地阻断人体内睾酮转化为双氢睾酮(DHT), 降低DHT的水平, 使前列腺体积缩小, 显著地改善尿路梗阻症状, 提高尿流率。目前生产有原料、片剂(规格为5mg/片)均为上市品种。根据国家药品监督管理部门对新药审批要求, 本文对非那甾胺的含量测定方法^[4]进行了研究, 报道如下。

1 仪器与色谱条件

美国 Spectra-Physics 液相色谱仪(SP8810 色谱泵, Spectra100 紫外检测器, Anas 电脑积分仪), 色谱柱为 ODS-C18(250 mm \times 4.6 mm, 5 μ l), 由天津天和色谱公司提供。流动相采用甲醇-水溶液(8:2), 流速为 0.90 ml/min。

2 药品与试剂

非那甾胺对照品含量为 99.9%, 非那甾胺样品由天津蓝恒医药化工技术研究所研制, 批号: 20000912, 20000914,

20000916。甲醇为色谱纯, 水为重蒸馏水。

3 方法和结果

3.1 检测波长的选择 非那甾胺经紫外扫描测定, 选定检测波长 230nm。

3.2 供试品溶液的制备与测定 称取本品 10mg, 置于 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 即为供试品溶液。取此液 10 μ l 注入液相色谱仪, 测定。另称取对照品适量配制成 100 μ g/ml 样品, 同法测定。按外标法计算含量。

3.3 线性范围 精密称取非那甾胺对照品 50mg 置于 50ml 量瓶中, 加流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。分别取 1.00ml, 2.00ml, 5.00ml, 10.00ml, 15.00ml, 20.00ml 置于 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。分别取 10 μ l 注入液相色谱仪, 记录色谱图。以浓度(C)对峰面积(A)绘制回归曲线。线性回归方程: ($n=6$) $C=2.019 \times 10^{-6}A-0.196$ $r=0.9997$ 。其浓度在 20~400 μ g/ml 范围内线性关系良好。

3.4 回收率试验 分别取 50, 100, 150 μ g/ml 三种浓度的样品各 10 μ l 注入液相色谱仪, 重复测定 5 次, 按线性回归方程计算, 结果回收率为 99.43%, RSD=0.50% ($n=15$)。

3.5 稳定性试验 将对照品及供试品配成 100 μ g/ml 浓度的溶液, 在室温下, 按高效液相色谱法分别在 0, 1, 2, 3, 4, 8 小时测定样品, 结果 RSD<0.5%。

3.6 精密度试验 取非那甾胺标准曲线中 50, 100, 150 μ g/ml 的 3 种浓度的对照品溶液, 依法测定峰面积, 分别进样 6 次, 结果证明方法精密度良好, RSD 分别为 0.78%, 0.65%, 0.75%。

3.7 重现性试验 按试验方法配制同一批非那甾胺 6 份, 依法测定峰面积, 结果证明重现性良好, 日内、日间 RSD 分别为 0.81%, 0.72%。

3.8 最低检测限 信噪比为 3:1, 非那甾胺的最低检测限为 0.01 μ g。

3.9 加样回收率试验 对照品中加入 4-叔丁基-3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 酰胺, 结果分离良好。见图 1。用本法测定该药回收率, 结果证明, 4-叔丁基-3-羰基-4-氮杂-5 α -雄甾-17 β 酰胺对测定无干扰, 该药回收率(99.76 \pm 0.66)%。

3.10 样品测定 按本文方法测定 3 批非那甾胺含量, 见表 1。

表 1 非那甾胺含量测定结果($n=3$)

批号	含量(%)
1	99.87
2	99.68
3	99.79

4 讨论

实验根据文献报道, 曾采用 C₈(250mm \times 4.6mm,