

# 镇心痛口服液质量标准研究

朱新成 焦震 刘显峰 费虹\* 李普 (河南省宛西制药厂 南阳 474550)

**摘要** 采用薄层色谱法对镇心痛口服液中三七、延胡索、冰片、薄荷脑进行定性鉴别;选择比色法,利用紫外分光光度计,以人参皂甙 R<sub>g1</sub> 为对照品,测定口服液中三七皂甙的含量。

**关键词** 镇心痛口服液 定性鉴别 含量测定

## Study on Quality Standard of Zhenxintong Oral Liquid

Zhu Xincheng, Jiao Zhen, Liu Xianfeng, Fei Hong and Li Pu

(Wanxi Pharmaceutical Factory, Nanyang, 474550)

**Abstract:** The qualitative identification of radix notoginseng, rhizome corydalis, synthetic borneolum and mentholum was determined in Zhenxintong oral liquid by TLC. The content of total notoginsenosides in the oral liquid was determined by UV spectrophotometer, where ginsenoside R<sub>g1</sub> was used as the reference substance.

**Key words:** Zhenxintong oral liquid, Qualitative identification, Content determination

镇心痛口服液是河南名老中医袁子震教授由古方生脉保元汤和瓜蒌薤白汤化裁而成,处方组成及生产工艺流程如图1所示。此方可益气活血,祛痰通络,宽胸止痛。适用于

气虚血瘀痰阻型胸痹等症。1993年10月由卫生部批准生产。我们对其中的三七、延胡索、冰片、薄荷脑制定了定性定量标准。

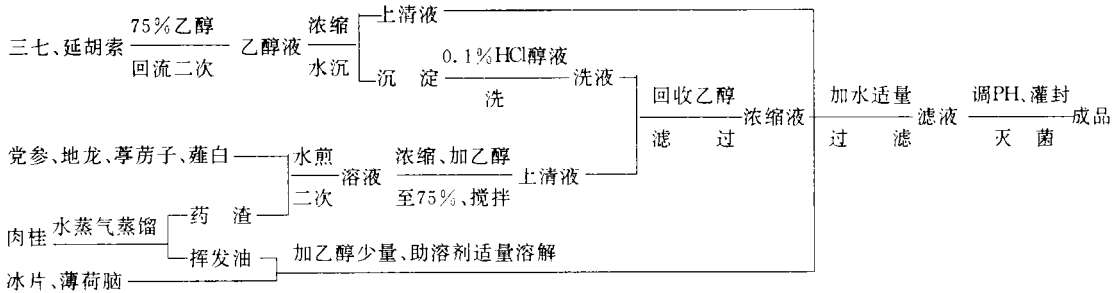


图1 镇心痛口服液生产工艺流程图

### 1 仪器与试剂、样品

UV-260 紫外分光光度计(日本岛津), PBQ-11 薄层自动铺板器(重庆南岸新力电器厂)。冰片、薄荷脑、延胡索等对照药材,经河南省药品检定所孙信功鉴定为药典规定品种。延胡索乙素,人参皂甙 R<sub>b1</sub>、人参皂甙

R<sub>g1</sub>、三七皂甙 R<sub>1</sub> 对照品均购自中国药品生物制品鉴定所。硅胶 G(E·Merck 青岛海洋化工厂),薄层板为本厂化验室采用自动铺板器制成。所用试剂均为分析纯。

### 2 定性鉴别

2.1 冰片、薄荷脑的鉴别 取样品及缺薄荷

\* 中国中医研究院中药研究所

脑样品, 缺冰片样品各 10ml, 加乙醚萃取 10ml × 3 次, 低温挥去溶剂, 加乙醇 1ml 溶解, 另取薄荷脑与冰片对照品, 加乙醇制成每 1ml 含薄荷脑 1mg 和冰片 2mg 的混合溶液作为对照溶液以石油醚(60~90℃)-苯-乙酸乙酯(9:4:2)为展开剂, 5% 磷钼酸乙醇液, 喷雾至斑点清晰如图 2, 镇心痛样品及缺冰片样品, 缺薄荷脑样品与对照品在对应的位置上所显的斑点均为深蓝色。

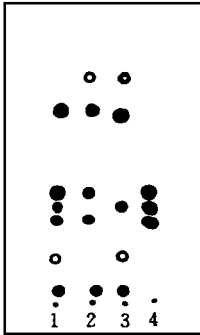


图 2

1. 样品
2. 缺薄荷脑样品
3. 缺冰片样品
4. 薄荷脑与冰片对照品溶液

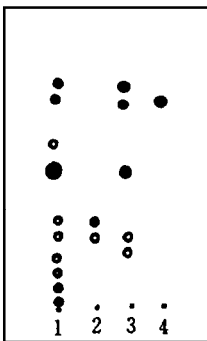


图 3

1. 样品
2. 缺延胡索样品
3. 延胡索对照药材
4. 延胡索乙素对照品

**2.2 延胡索的鉴别** 取镇心痛样品及缺延胡索样品溶液各 10ml, 分别加氨水调至 pH10~11, 用氯仿萃取 10ml × 4 次, 回收氯仿至干, 残渣加乙醇 2ml 溶解, 制得镇心痛样品及缺延胡索供试溶液; 取延胡索对照药材粉末 1g, 加 80% 乙醇 50ml, 回流 1 小时, 放

冷滤过, 蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 按上述供试品溶液制法制得对照药材溶液; 取延胡索乙素对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的延胡索乙素作为对照品溶液。以正丁醇-氯仿-甲醇(10:9:1.5)为展开剂, 碘蒸汽显色, 见图 3。镇心痛样品及缺延胡索样品, 延胡索对照药材, 延胡索乙素对照品溶液对应的位置上所显的斑点均为棕色。

**2.3 三七的鉴别** 取镇心痛样品及缺三七样品溶液各 10ml 加入水饱和的正丁醇 10ml 振摇提取, 提取液蒸干, 加甲醇 2ml 溶解残渣, 制得镇心痛样品及缺三七样品的供试品溶液。取人参皂甙  $R_{b_1}$ 、 $R_{g_1}$  及三七皂甙  $R_1$  对照品, 加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液作为对照品溶液。以正丁醇-乙酸乙酯-水(4:1:5)为展开剂, 10% 硫酸乙醇液喷雾, 105℃ 烘约 10 分钟, 镇心痛样品, 缺三七样品及对照品相应的位置上均显深棕色斑点见图 4。

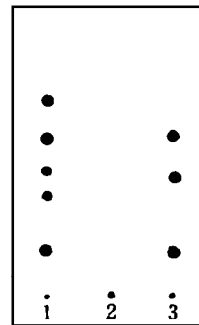


图 4

1. 样品
2. 缺三七样品
3. 人参皂甙  $R_{b_1}$ 、 $R_{g_1}$  及三七皂甙  $R_1$  对照品

### 3 含量测定

**3.1 供试品及对照品溶液的制备** ①对照品溶液: 精密称取人参皂甙  $R_{g_1}$  对照品 5mg。置 100ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀即得(每 1ml 含人参皂甙  $R_{g_1}$  0.050mg)。②供试品溶液: 精密吸取样品 10ml, 加乙醚萃取 20ml × 2 次, 弃去醚层, 水层用水饱和的正丁醇萃取 20ml × 6 次, 回收正丁醇至干,

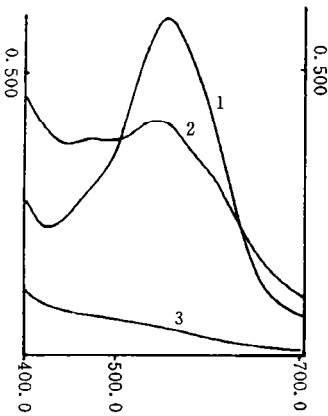


图5 吸收曲线图

1. 对照品人参皂甙 R<sub>g1</sub>; 2. 样品 3. 缺三七空白样品

残渣用甲醇定容至 100ml, 滤过, 精密量取 1.0ml 续滤液, 用甲醇定容至 10ml, 即得。

**3.2 测定方法** 精密量取被测溶液 1.0ml, 置 10ml 具塞试管中, 在水浴上挥去溶剂, 取出, 放冷精密加入新配制的 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.2ml, 高氯酸 0.8ml 摇匀, 置 60℃ 水浴上加热 15 分钟, 取出, 立即用流动水冷却 2 分钟, 精密加入冰醋酸 5ml, 摇匀, 以相应试剂为空白, 照分光光度法(中国药典九〇年版一部附录 51 页)在 550nm 波长处测定吸收度, 从标准曲线上读出供试品溶液中人参皂甙的重量计算即得。

**3.3 吸收曲线考察** 取镇心痛口服液样品及空白三七样品液按上述 3.1①②项下操作制得供试品溶液与对照品溶液, 按 3.2 方法测定吸收度, 其吸收曲线见附图 5, 可见人参皂甙 R<sub>g1</sub> 与样品吸收图谱相似, 而空白三七样品无特征吸收, 故选 550nm 波长测定。

**3.4 线性化范围试验** 精密吸取 3.2①所制取的对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 照 3.2 方法自“在水浴上挥去溶剂”开始测定其吸收度, 可见浓度与吸收度在取样量 1.0~5.0ml 范围内呈较好的线性关系;  $C = 0.2457A - 0.0014$   $r = 0.9950$ 。

**3.5 加样回收率试验** 方法同前, 结果见表

1。

**3.6 稳定性试验** 按上述 3.1 方法, 每隔 10 分钟测一次吸收度, 共 60 分钟, 样品在 1 小时内是稳定的。

**3.7 空白样品测定** 照标准处方(缺三七)、工艺制空白三七样品液 4 批进行比色测定, 在 550nm 处无明显的吸收。

表 1 加样回收率结果

试验号	加入对 照品量	回收对 照品量	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
1	28.2	29.6	105.0		
2	28.2	28.9	102.5		
3	28.2	27.6	98.6	101.8	2.85
4	28.2	29.3	103.9		
5	28.2	27.9	98.9		

**3.8 样品测定** 按 3.2 测定方法, 测定了中试产品共 12 个批次, 每批测定两个样品, 结果见表 2。

### 4 讨论

综上所述, 采用 TLC 法鉴别镇心痛口服液中冰片, 薄荷脑, 三七、延胡索方法简单, 分离效果好, 结果准确; 采用比色法测定人参皂甙 R<sub>g1</sub> 的含量, 用于反映样品中三七皂甙的含量是可行的, 可用于控制镇心痛口服液的内在质量。但对处方中君药党参尚未找到合适方法进行鉴别; 另外样品不同批次所含三七皂甙差异较大, 尚需进一步研究。

### 参考文献

[1] 甘炳远, 郑光植. 中国药学杂志 1992; 27(3): 138  
 [2] 徐礼, 沙世炎. 中草药有效成分分析法. (下册) 北京: 人民卫生出版社, 1987: 28  
 [3] 中华人民共和国药典. 1990 年版一部附录: 51  
 [4] 栗晓黎, 王宝琴. 中成药 1990; 12(3): 10  
 [5] 曹春林, 施顺清. 中药药剂学. 上海: 上海科技出版社, 1986: 588

(收稿: 1996-04-17)

