

三参通脉口服液的 制备与质量控制

王秀英 王惠玉 李卫星 王芸
(中日友好医院 北京 100029)

三参通脉口服液由西洋参、丹参、川芎等中药组成,具有益气养阴,活血通脉,散瘀止痛等功效。在我院使用六年多,治疗老年性冠心病疗效显著,现介绍如下。

1 处方组成 西洋参,丹参,川芎等。

2 制备工艺

2.1 西洋参加70%乙醇回流4次,回收乙醇至无醇味,加水适量冷藏过夜,过滤,过滤液备用,药渣留用。

2.2 川芎加水洗净后,加适量蒸馏水蒸馏,收集蒸馏液(1:1)备用。

2.3 西洋参渣、川芎渣和群药合并,共煎煮2次,药液浓缩至相对密度为1.20~1.26(50~60℃测),加95%乙醇,边加边搅拌,使含醇量达70%,冷藏,过滤,回收乙醇,加水热处理,冷藏,滤过,滤液备用。

2.4 将2.1、2.2、2.3药液合并,调pH6.5~7,加调制剂,加蒸馏水至所需刻度,灌封,灭菌,包装。

3 质量控制标准

3.1 薄层鉴定:取三参口服液,丹参酮II_A标准液,缺丹参的口服液阴性对照液各5μl点样于同一块硅胶G薄层板上。以苯-甲醇(9:1)为展开剂,上行展开10cm,观察斑点,样品液与标准品对照液在相同位置上斑点相同。

3.2 含量测定:采用薄层扫描法测定人参皂甙Rb₁含量。

3.2.1 样品来源、试药及仪器 三参通脉口服液为本院中药制剂室制作。人参皂甙Rb₁对照品为中国药品生物制品检定所,所用的试剂均为分析纯。

3.2.2 层析条件及扫描条件 层析条件:吸附剂为硅胶G-0.5%CMC-Na薄层板,展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)10℃以下放置,取下层液。显色剂:10%硫酸乙醇溶液。扫描条件:双波长锯齿扫描法,

$\lambda_s=535\text{nm}$, $\lambda_R=680\text{nm}$,狭缝 1.0×1.0 。

3.2.3 对照品溶液:精密称取人参皂甙Rb₁,以甲醇定容成每1ml含2.06mg的溶液。供试品溶液:精取三参通脉口服液1ml,用饱和正丁醇2ml,萃取8次,合并萃取液,于水浴蒸干,残渣用2ml水溶解。将水溶液加入预先处理好的氧化铝大孔吸附树脂柱(1.1cm×14cm,上层装有无水氧化铝2cm)内,依次用水、20%乙醇、70%乙醇洗脱。收集70%乙醇洗脱液,水浴蒸干,残渣以甲醇0.5ml定容。

3.2.4 标准曲线 精密吸取人参皂甙Rb₁对照品溶液1、2、3、4、5μl,分别点样于同一薄层板上,依上述条件展开、显色、扫描,测得峰面积值。结果表明:人参皂甙Rb₁在1~5μl之间线性良好,浓度(x)与峰面积(Y)呈一条直线,回归方程为: $Y=6653x-2368$, $r=0.9994$ 。

3.2.5 精密度和稳定性考察 精取人参皂甙Rb₁对照品溶液2μl(相当于4.12μg)点样于同一薄层板上,展开,显色,含量测定峰面积, $RSD=2.07\%$, $n=5$ 。以后每隔5min测定峰面积1次。结果表明15min内峰面积值基本不变, $RSD=2.24\%$, $n=3$ 。

3.2.6 回收率测定 精密吸取空白口服液1ml,准确加入一定量人参皂甙Rb₁,照供试品溶液项下操作。精取2.4μl点样,并在同一薄层板上点Rb₁对照溶液1、2μl。展开显色后,扫描测得峰面积经计算,平均回收率为99.1%, $RSD=3.00\%$, $n=3$ 。

3.2.7 样品测定 精取供试品溶液4μl,对照品溶液1、2μl分别点样于同一薄层板上,展开显色后在15min内完成扫描测定,经计算4批样品Rb₁含量分别为0.638、0.665、0.685、0.719mg/ml, RSD 分别为4.98%、4.35%、3.84%、5.12%。 $n=3$ 。

4 讨论

4.1 本实验测定的三参通脉口服液中含8种生药,成分复杂,如单纯用正丁醇提取处理样品,背景干扰严重,采用大孔吸附树脂进一步处理后再进行薄层层析,可有效地除去杂质,获得清晰的斑点。

4.2 人参皂甙Rb₁斑点扫描后的峰面积值可受薄层板的厚度,显色剂喷洒的均匀度,烘烤温度和时间等因素影响,实验中应注意,以保证测定结果的准确性。