

健脑安神片质量标准研究

★ 高道侠¹ 朱文剑² (1. 江西省樟树市食品药品检验所 樟树 331200; 2. 江西省樟树市中医院 樟树 331200)

摘要:目的:建立健脑安神片的质量标准。方法:用 TLC 法对远志、南五味子进行了定性鉴别;用 HPLC 法测定了健脑安神片中淫羊藿苷的含量,选用 Diamonsil 钻石 C18 色谱柱,流动相为乙腈-水(30:70),检测波长 270 nm,结果:TLC 检出了远志、南五味子特征斑点,淫羊藿苷进样量在 32.16~289.44 ng 范围内线性关系良好($r=0.9995$),加样回收率为 98.34%,RSD=1.58%。结论:方法简便、稳定、可靠,可作为本品的质量控制方法。

关键词:健脑安神片;质量标准;高效液相色谱法;薄层色谱法

中图分类号:R 284.1 文献标识码:B

健脑安神片收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第十二册,由淫羊藿、枸杞子、五味子、远志、鹿角胶、茯苓、麦冬、酸枣仁等组成,具有滋补强壮,镇静安神之功效。用于神经衰弱,头痛,头晕,健忘失眠,耳鸣等。目前,该品种的质量标准仅限于片剂的检查项目,为了提高该品种的质量标准水平,对其远志和南五味子的薄层色谱鉴别及淫羊藿的含量测定进行了研究,现报道如下。

1 仪器、药品和试剂

日本岛津高效液相色谱仪(SPD-10Avp 紫外检测器, LC-10ATvp 溶剂输送泵), UV-9501 紫外分光光度计, SB-3200 超声清洗器(功率 250 W, 频率 33 kHz), BP-2110 电子天平

健脑安神片(江西药都樟树制药有限公司),远

志对照药材(批号:120989-200304)、五味子甲素对照品(批号:764-199201)、淫羊藿苷对照品(批号:110737-200312)均购自中国药品生物制品检定所,甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 远志的薄层色谱鉴别 取本品 20 片,除去糖衣,研细,加甲醇 50 mL,加热回流 1 小时,放冷,滤过,滤液挥干,残渣加水 30 mL 使溶解,用水饱和正丁醇振摇提取 2 次,每次 30 mL,合并正丁醇液,用 10% 盐酸溶液洗涤 2 次,每次 20 mL,取正丁醇液,蒸干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。取远志对照药材 1 g,同上法制成对照药材溶

理。此外,还含有少量纤维、导管和油滴等(图 3、4)。

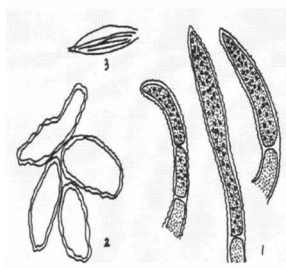


图3 单叶蔓荆花萼粉末
1、非腺毛2、花萼表皮细胞3、纤维

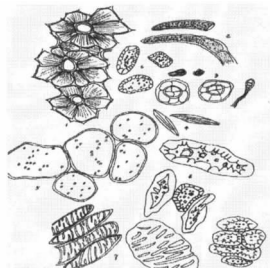


图4 单叶蔓荆果实粉末
1、外果皮2、腺毛3、非腺毛4、纤维
5、中果皮细胞6、石细胞7、种皮细胞

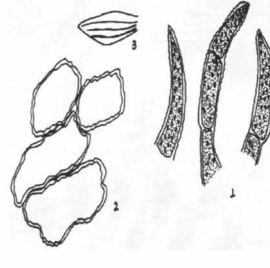


图5 三叶蔓荆花萼粉末
1、非腺毛2、花萼表皮细胞3、纤维

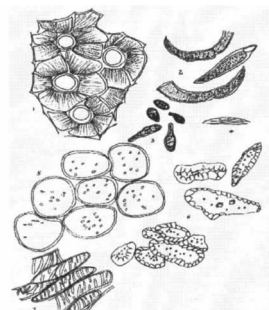


图6 三叶蔓荆果实粉末
1、外果皮2、腺毛3、非腺毛4、纤维
5、中果皮细胞6、石细胞7、种皮细胞

3.2.2 三叶蔓荆 其果实粉末与单叶蔓荆相似,不同点在于:非腺毛较单叶蔓荆更弯曲,多呈弯钩状,顶部较单叶蔓荆更钝尖,且疣状突起密布于顶端细胞,第二节细胞常见有疣状突起。腺毛的结构多头部单细胞、柄 1~3 细胞,腺鳞较少(图 5、6)。

参考文献

[1] 郭长强. 蔓荆子的研究综述[J]. 吉林中医药, 1994, 5:52.

(收稿日期:2008-12-25 责任编辑:查青林)

液。按处方取不含远志的其它药材,照本品工艺及上述方法制成阴性对照。吸取上述3种溶液各10 μL ,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-丙酮-正己烷-冰醋酸(8:2:0.2:0.3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%香草醛的10%硫酸乙醇溶液,在100 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性制剂无此斑点。

2.1.2 南五味子的薄层色谱鉴别 取本品20片,除去糖衣,研细,加三氯甲烷30 mL,加热回流30分钟,放冷,滤过,滤液挥干,残渣加三氯甲烷1 mL使溶解,作为供试品溶液。取五味子甲素对照品,加三氯甲烷制成每1 mL含1 mg的溶液,作为对照品溶液。按处方取不含南五味子的其它药材,照本品工艺及上述方法制成阴性对照。吸取供试品溶液5~8 μL ,对照品溶液2 μL ,阴性对照溶液8~10 μL ,分别按接触法点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以石油醚(30~60 $^{\circ}\text{C}$)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性制剂无此斑点。

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件的选择 色谱柱:Diamonsil 钻石C18柱,4.6 mm $\times$ 250 mm,5 μm ,流动相:乙腈-水(30:70),流速:1 mL $\cdot$ min⁻¹,检测波长270 nm。在此条件下对照品、供试品在约13分钟相同时间有一色谱峰,阴性对照品没有显示相同色谱峰。

2.2.2 提取方法的选择 取本品适量,除去糖衣,研细,取约1 g,共2份,精密称定,分置具塞锥形瓶中,加稀乙醇25 mL,分别采用超声、回流提取30分钟,结果测得含量分别为0.0507、0.0506 mg/片,二种提取方法无显著差异,超声处理操作简单,采用超声提取。

2.2.3 提取溶剂的选择 取本品适量,除去糖衣,研细,取约1 g,共3份,精密称定,分置具塞锥形瓶中,分别加30%乙醇、稀乙醇、70%乙醇25 mL,照含量测定方法测定,结果测得含量分别为0.0479、0.0508、0.0510 mg/片,稀乙醇与70%乙醇提取较完全,拟采用稀乙醇提取。

2.2.4 线性关系的考察 精密称取淫羊藿苷对照品8.04 mg至500 mL量瓶中,加稀乙醇溶解并稀释至刻度,作为储备液,精密量取储备液1、3、5、7、9 mL置10 mL量瓶中,置10 mL量瓶中,加稀乙醇至刻度,摇匀,分别吸取20 μL ,注入液相色谱仪测定峰面积,将进样量与峰面积进行回归处理,回归方程

为: $y = 1\,098.5x - 5\,866$, $r = 0.999\,5$,淫羊藿苷进样量在32.16~289.44 ng范围内与峰面积呈良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验 取本品适量,除去糖衣,研细,取约1 g,精密称定,照含量测定项下实验,精密吸取供试品溶液20 μL ,重复进样5次,测定供试品溶液中淫羊藿苷峰面积值,供试品峰面积值的相对标准差为0.98%。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取上述供试品溶液20 μL ,每隔0.5小时或1小时,共测定8小时内供试品溶液中淫羊藿苷峰面积值,计算,供试品淫羊藿苷峰面积值的相对标准差为1.48%。

2.2.7 重复性试验 取本品适量,除去糖衣,研细,取约1.0 g,共5份,精密称定,照含量测定项下实验方法制成供试品溶液,按上述色谱条件进行测定含量,测定结果经数据处理,RSD为0.76%。

2.2.8 加样回收试验 取本品适量,除去糖衣,研细,取约0.5 g,共5份,精密称定,分置具塞锥形瓶中,各精密加入淫羊藿苷对照品溶液(5.34 ng $\cdot$ mL⁻¹)25 mL,余照含量测定项下实验,吸取20 μL 注入液相色谱仪中进行含量测定,回收率98.34%,RSD为1.58%。

2.2.9 样品的测定 取本品20片,除去糖衣,精密称定,研细,取约1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇25 mL,称定重量,超声处理30分钟,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足差失的重量,摇匀,过滤,取续滤液,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,取滤液,即得。另取淫羊藿苷对照品适量,加稀乙醇制成每1 mL含10 μg 的对照品溶液。精密吸取供试品溶液、对照品溶液各20 μL ,分别注入液相色谱仪中,测定,结果见表1。

表1 健脑安神片中淫羊藿苷含量 /mg $\cdot$ 片⁻¹

批号	淫羊藿苷含量	批号	淫羊藿苷含量
060302	0.0587	060305	0.0626
060303	0.0549	060306	0.0418
060304	0.0413	060307	0.0562
平均片心重: 0.21g/片;		平均含量(mg/片): 0.0526	

3 小结与讨论

我们对提取时间15、30、60分钟进行了比较,结果提取30分钟以上淫羊藿苷基本提取完全,因此确定提取30分钟;对稀乙醇用量分别考察了15、25、50 mL的提取效果,结果用25 mL以上提取完全,因此采用25 mL溶剂提取。本方法稳定、可靠,可作为本品的质量控制方法。

(收稿日期:2008-10-30 责任编辑:曹征)