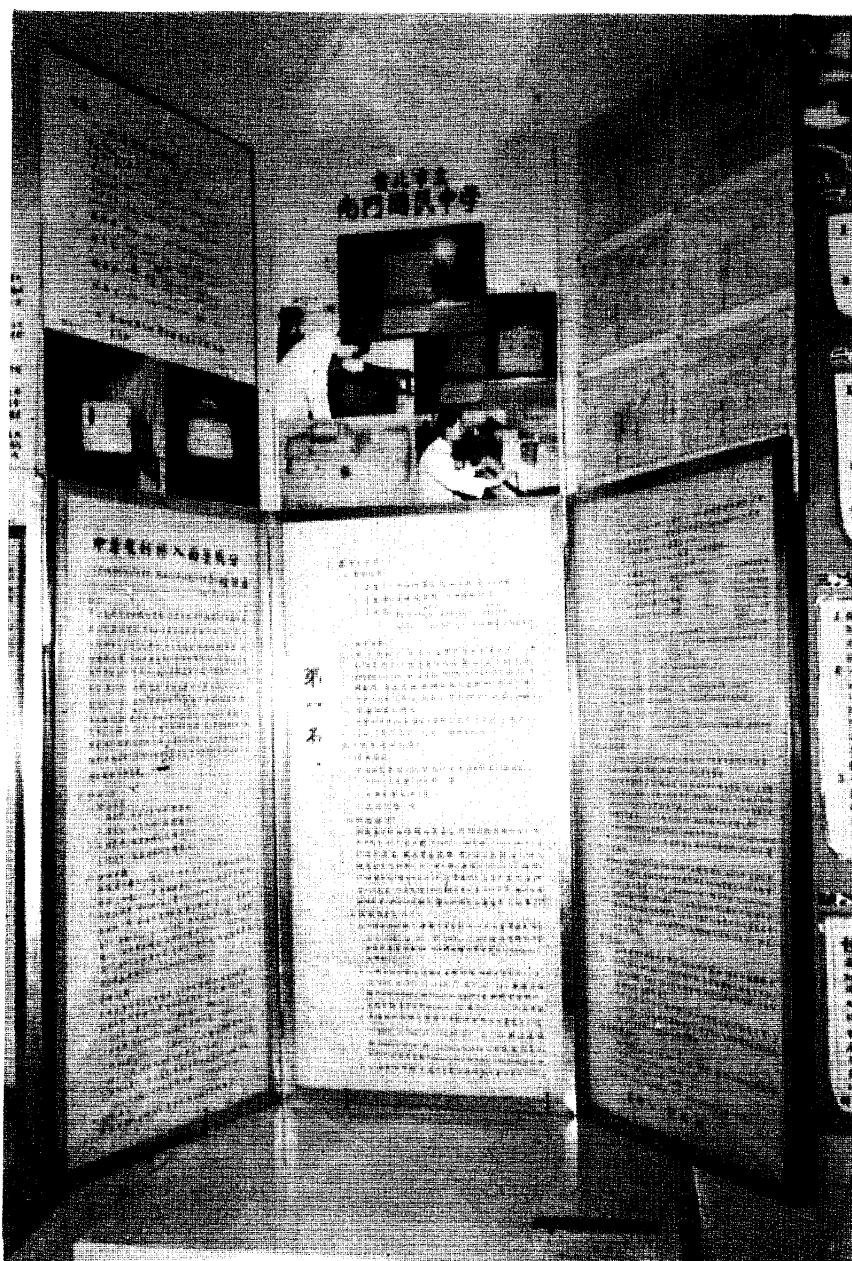


中藥製劑摻入西藥成份檢驗法

國中教師組化學第一名

台北市立南門國民中學

作者：蔡 啓 淮



一、前言

中藥製劑原為我國之國粹，歷史悠久中外馳名，但因國內藥廠缺乏嚴格管制，因而不法藥商為求藥效快速，往往滲入未經衛生官署許可之西藥，而造成危害健康之不良後果，影響國際信譽。因為中藥製劑一般都是成藥而可不需經過醫師的指示就可供使用，然而西藥具有明顯的藥理作用。一般而言，其副作用也相當大。然而有鑒於中藥丸摻入西藥之鑑定工作，有關單位僅利用呈色反應和薄層層析法來檢驗其正確性難臻理想。因而利用公餘時間經多次研究試驗改進於抽取分離後，以呈色反應先作初步試驗，繼以薄層層析法分離雜質，純化檢體，再用紅外線光譜分析儀測定，可以得到可靠性的結果，本報告中所介紹方法曾實驗多次，其效果良好，因將操作方法提出報告以供參考。

二、檢驗方法

(一)檢驗樣品

- 1.樣品甲（在台北市所採購藥丸）
- 2.樣品乙（在台南縣所採購藥丸）
- 3.樣品丙（在雲林縣所採購藥丸）
- 4.樣品丁（在澎湖縣所採購藥丸）

(二)抽取分離：

取檢品藥丸10顆，置於燒杯中，加水50公撮於水浴上保持60°C加熱一小時，攪拌使藥丸完全溶化，濾除不溶物傾入分液漏斗，分別以二氧六圓（Dioxane）50c.c. 25c.c. 25c.c.各抽取一次，合併三次抽取液，用蒸發皿，在水浴上濃集成5c.c.備檢 Prednisolone（A液）

然後將水溶液部份以稀鹽酸10c.c.使其成為酸性，再分別用氯仿（Chloroform）50c.c. 25c.c. 25c.c.各抽取乙次，合併三次抽取液，用蒸發皿在水浴上濃集備檢 Phenylbutazone（B液）。

(三)篩檢試驗：

本項試驗在用呈色反應法先作初步試驗，如呈陰性反應可證明無此成份，而呈陽性反應則需進一步試驗所用方法如下：

- 1.取二氧六圓（Dioxane）抽取液1c.c.加硫酸1c.c.呈紅色反應時，即為Prednisolone之陽性反應。

2. 取氯仿 (Chloroform) 抽取液 1c.c.，加發煙硝酸數滴，在水浴上蒸乾，殘留物加氫氧化鉀之乙醇液 (1:10) 其顏色變化初為黃色，續呈橘色，最終為棕色之呈色反應時即為 Phenylbutazone 之陽性反應。

(四) 確認鑑定：

取檢品抽取分離後之濃集液依下列方法檢驗之。

1. 薄層分析法：

(1) 使用材料：

① 薄層片：用矽膠薄片長 20 公分寬 20 公分。

② 展開槽：用玻璃製展開槽。

(二氯甲烷) (二氧六環) (水)

③ 展開劑：Methylene Chloride : Dioxane : Water = 100 : 50 : 50 充分振盪後除去水層。

(2) 操作方法：

將 (A) 液和 (B) 液混合後置於水浴上濃集 1c.c.，用毛細管滴於矽膠薄層片之底線上，並以標準的 Prednisolone 和標準的 Phenylbutazone 跟樣品相對照，在密閉玻璃槽中加入展開劑，實施展開，液面上升至頂點後，取出於紫外燈光下觀察。

(3) 檢驗結果之判定：

觀察檢品與標準樣品在紫外燈光下之呈色並測定 Rf 值相同時則為同一成分 (如附圖)

2. 紅外線光譜分析法：

(1) 使用器材：

① 日本島津 IR-27c 型紅外線光譜分析儀。

② KBr (溴化鉀) 打片機乙架。

③ 電動直讀天秤乙架。

④ 瑪瑙乳鉢乙付。

(1) 檢驗操作：

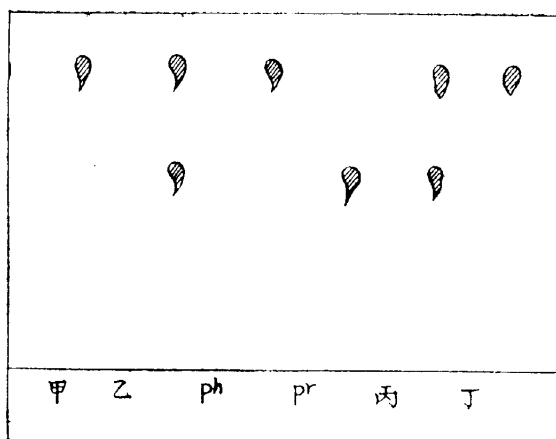
取薄層分析法檢驗後之薄層片將檢品斑點部份，分別用小刀刮下，以二氧六環 (Dioxane) 和氯仿 (Chloroform)

分別溶洗過濾，濾液置蒸發皿，在水浴上蒸乾，分別放入烘乾箱充分烘乾（90°C四小時）再移入 Silica Gel（矽膠）乾燥器內乾燥七十二小時，然後再分別蒸發乾固殘渣物各0.10毫克，加溴化鉀（KBr）粉末至全量 250 毫克，用打片機打成片狀。利用紅外線光譜儀分別測定比對製成光譜圖。

(3) 檢驗結果之判定：

- ① 甲檢品紅外線光譜圖之主要特性吸收尖峯由最大依序為 A : 1708, B : 1300 or 1743, C : 755 與標準樣品符合，且曲線型態，亦相似，可判定檢品中含有 Phenylbutazone 之成份。
- ② 乙檢品紅外線光譜圖之主要特性吸收尖峯有 A : 1708 or 1650, B : 1300 or 1743 or 1610, C : 1755 與標準樣品 Prednisolone 和 Phenylbutazone 之曲線型態相似，指紋領域（finger print region）一致可判定檢品中含有 Prednisolone 和 Phenylbutazone 之成份。
- ③ 丙檢品紅外線光譜圖之主要特性吸收尖峯有 A : 1708 or 1650, B : 1300 or 1743 or 1610, C : 1755 與標準樣品 Prednisolone 和 Phenylbutazone 之曲線型態相似可判定檢品中含有 Prednisolone 和 Phenylbutazone 之成份。

附圖一



- ④丁檢品紅外線光譜圖之主要特性吸收尖峯由最大依序爲 A : 1708, B : 1743 or 1300, C : 755與標準樣品符合，且曲線型態亦相似，可判定檢品中含有 Phenylbutazone 之成份。

說明：標準樣品 Prednisolone 和 Phenylbutazone 及甲、乙、丙、丁四種中藥丸抽取液在薄層片上之分佈情況。

Ph : Phenylbutazone 。

Pr : Prednisolone 。

甲：在台北市所採購中藥丸抽取液。

乙：在台南縣所採購中藥丸抽取液。

丙：在雲林縣所採購中藥丸抽取液。

丁：在澎湖縣所採購中藥丸抽取液。

Rf 值：Phenylbutazone : 0.775 。

展開液：Methylene Chloride (氯甲烷) : Dioxane (二氯六環) : Water (水) = 100 : 50 : 50

三、討論分析

- (一)用薄層分析法純化檢品製紅外線光譜時，如一次展開所得純化斑點量不足，可以合併數次展開之斑點用紅外線光譜儀檢查。
- (二)紅外線光譜分析法在有機化合物之鑑定工作上極爲重要，因其光譜圖在不同結構之其他化合物亦絕不相同，誠如吾人之指紋，但其缺點爲樣品之純度必須很高，故在檢驗中藥丸摻入西藥成分之工作上應用至爲困難，本實驗得以順利完成，完全得力於抽取分離，純化手續之成功。
- (三)市面出售之中藥丸製劑中所摻入西藥多爲 Prednisolone 及 Phenylbutazone，因此本項研究以針對此二項藥物爲之，至於其他藥物則可依其性質，變通應用。
- (四)Phenylbutazone 之藥理作用具有強力之鎮痛、解熱、消炎作用，並對各種關節炎有特效。但對過敏症、造血器障礙及消化性潰瘍者和使用後會造成食慾不振、噁心、嘔吐及偶有白血球，血小板減少症。
- 又Prednisolone具有促進蛋白代謝，抑制發熱、疼痛及刺激男

性荷爾蒙分泌之功用，但對於精神病重症精神、神經病、消化性潰瘍及抗生素無效之感染症者，均應禁用，主要的副作用是感染擴張，糖尿病之惡化，青光眼之加重，延長傷痍等。

四、結論

(一)由中藥製劑中檢驗西藥成分，因中藥成分複雜，抽取分離困難不易得到純品，故不易用紅外線光譜分析，本報告提出利用薄層分析為純化手續，使便于紅外線光譜分析，俾便得到正確結果，所用方法簡易可行，正確性甚佳。

(二)本報告中試驗所用四種中藥丸樣品，用本法檢驗均發現含有 Phenylbutazone 之西藥成分，且乙、丙二種中藥丸除含有 Phenylbutazone 之外尚有 Prednisolone 之西藥成分。

五、參考資料

(一)The Pharmacopeia of the United States of America

U.S.PXIII 1970

(二)The National Formulary N.F. XII 1965

(三)British Pharmaceutical Codex 1973

(四)E.G.C.: CLAKE : Isolation and Identification of drugs