

吸取 2.0 mL 及空白对照液 2.0 mL,置分液漏斗中,精密加入 pH 5.0 缓冲液使成 10 mL,按 4.1 法项下自“加入 0.8 mg/mL 溴甲酚绿 pH 5.0 缓冲液 4 mL……”起,同法操作,测定吸收值,按槟榔碱含量(g/g)% = $3 \times 10^{-2} C/W$ 方式计算,式中 W 为原样品称样量,C 可由回归方程 $A = 0.1074C - 0.08940$ 求得,结果见表 3。

表 3 金乌香冲剂槟榔碱含量测定结果

样品批号	94010	940111	941201	941203	941205
含量(%)	0.060	0.063	0.062	0.059	0.063

4.3 回收率试验:取对照品 0.15 g,精密称定,以 pH 5.0 缓冲液定容于 50 mL 容量瓶中,摇匀后精密吸取 10 mL 以 pH 5.0 缓冲液定容于 20 mL 容量瓶中,精密吸取 10

mL,加辅料 25 g 制成冲剂。取冲剂颗粒 2.5g,精密称定,按“供试品溶液制备”及“含量测定”项下规定法操作,测定含量,得平均回收率为 99.7%,RSD=2.1%(n=5),证明所加辅料对测定无影响。

5 讨论

经研究认为在 pH 5.0 缓冲液系统中,槟榔碱可与溴甲酚绿定量生成呈色离子对,经氯仿提取离子对在 1 h 内呈色稳定,可用于准确测定槟榔碱含量。

致谢:广东省珠海市丽珠公司苏云驰,徐杏云。

(1997-05-22 收稿)

Studies on the Quantitative Determination of Arecoline in "Jinwuxiangchongji"

Qin Merggen, Liu Dayue (Xuzhou Institute of Medical Science, Xuzhou 221006)

Abstract An acid dye colorimetry was developed for the quantitative determination of arecoline in "Jinwuxiangchongji". Arecoline forms a stable color ionpair with bromocresol green in a HAc-NaAc buffer of pH5.0. The absorption is proportional to the concentration of arecoline in the range of 1.65 $\mu\text{g/mL}$ ~ 10.4 $\mu\text{g/mL}$ ($r=0.9992$) and average recovery 99.7% (RSD=2.1%, $n=5$).

Key words arecoline Bromocresol green acid dye colorimetry

心痛宁冲剂质量标准的研究

辽宁省中医研究院(沈阳 110031)

王月敏* 王淑青

辽宁省药品检验所

王伏燕

摘要 对心痛宁冲剂中的主要成分进行了薄层色谱鉴别,并采用薄层扫描法对其中熊果酸进行了含量测定研究,结果表明,该质量标准可控制产品质量。

关键词 心痛宁冲剂 丹参酮 I_A 延胡索乙素 芦丁 熊果酸

心痛宁冲剂为治疗冠心病、心绞痛的中药三类制剂,由丹参、延胡索等十几味中药组成。为控制产品质量,我们对其进行了质量标准研究,制定了薄层鉴别和薄层扫描含量测

定,结果满意。

1 仪器和试药

丹参酮 I_A、延胡索乙素、芦丁、熊果酸对照品由中国药品生物制品检定所提供,心痛

* Address: Wang Yuemin, Liaoning Institute of Traditional Chinese Medicine, Shenyang

宁冲剂由辽宁省中医研究院提供,所用试剂均为分析纯。

岛津 CS-930 薄层扫描仪,72 紫外分析仪。

2 薄层层析鉴别

2.1 丹参酮Ⅱ_A的薄层层析

2.1.1 供试品溶液的制备:取本品 10 g,加水 200 mL 使溶解,加氨水调 pH 9 以上,乙醚提取 3 次(20,20,15 mL),合并乙醚提取液,挥干,残渣加乙醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.1.2 对照品溶液的制备:取丹参酮Ⅱ_A对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.1.3 薄层层析:照薄层色谱法(《中国药典》95 版一部附录 35 页)试验。吸取上述供试品溶液 10 μ L,对照品溶液 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以苯-醋酸乙酯(19:1)为展开剂,展开,取出,晾干。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点。

2.2 延胡索乙素的薄层层析

2.2.1 供试品溶液的制备:同 2.1.1。

2.2.2 对照品溶液的制备:取延胡索乙素对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.2.3 薄层层析:照薄层色谱法(《中国药典》95 版一部附录 35 页)试验。吸取上述供试品溶液 10 μ L,对照品溶液 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-氯仿-甲醇(10:6:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置碘蒸气中熏。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。

2.3 芦丁的薄层层析

2.3.1 供试品溶液的制备:取本品 5 g,研细,加乙醇 10 mL,密塞,振摇 10 min,放置 10 min,滤过,滤液浓缩至干,加甲醇 20 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.3.2 对照品溶液:取芦丁对照品,加甲醇制成 1 mL 含 4 mg 的溶液作为对照品溶液。

2.3.3 薄层层析:照薄层色谱法(《中国药典》95 版一部附录 35 页)试验。吸取上述供试品溶液 10 μ L,对照品溶液 2 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-甲酸-水(8:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,待乙醇挥干后,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

3 熊果酸的含量测定

3.1 薄层层析及扫描条件:薄层层析:0.3%羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 板,厚度 0.5 mm,105℃~110℃活化 30 min。展开剂:甲苯-醋酸乙酯-冰醋酸(12:4:0.5),展距 8 cm。显色剂:硫酸乙醇溶液(3→10),105℃加热至斑点清晰。反射锯齿扫描 $\lambda_s=520$ nm, $\lambda_R=700$ nm, $S_X=3$ 。

3.2 标准曲线的绘制:精密称取 5.53 mg 熊果酸对照品,用丙酮定容至 5 mL,制成浓度为 1.106 mg/mL 的对照品溶液。精密吸取 2、4、6、8、10 μ L 分别点于同一薄层板上,展开,取出晾干,测定。得出熊果酸斑点的积分值与点样量的回归方程式为 $Y=7267.4A-218.15$, $r=0.9994$ 。结果表明,熊果酸点样量在 2.212~11.06 μ g 范围内与峰面积积分值呈线性关系。

3.3 稳定性试验:展开后的薄层板,每隔一定时间测定斑点的积分值,结果在 2 h 内稳定。

3.4 精密度试验:同一板上点同一样品点样量相同,展开测定结果 $RSD=0.9\%$ ($n=6$)。

3.5 样品测定:取本品 10 g,研细,精密称定,加水 40 mL,搅拌使溶解,滤过,残渣加水 50 mL 洗涤,室温干燥至呈疏松粉末状,于 110℃烘干,连同滤纸置索氏提取器中,用乙醚适量加热回流提取 5 h,提取液回收乙醚至干,残留物用石油醚(30~60℃)浸泡 2 次,每次 15 mL,倾去石油醚,残留物加丙酮使溶解,定量转移至 5 mL 量瓶内并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。吸取供试品溶液 5 μ L、10 μ L,对照品溶液 2 μ L、4 μ L,分别交叉

点于同一硅胶 G 薄层板上,展开,显色,测定,结果见表 1。

表 1 3 批样品中熊果酸的含量测定结果

批号	含 量 (mg/10g)		$\bar{x}$
	1	2	
930807	0.494	0.501	0.50
930810	0.543	0.525	0.53
930817	0.515	0.521	0.52

3.6 回收率测定:取同一批已知含量的样品 6 份,每份约 10 g,精密称定,分别加入熊果

酸对照品溶液(0.5 mg/mL)1 mL,照样品测定法测定,测得平均回收率为 96.8%,RSD 为 1.2%。

4 小结

本研究中薄层鉴别和含量测定试验均与阴性对照品做了比较,结果显示无干扰。本方法简便、快速,重现性好,可做本品质控标准。

(1997-11-07 收稿)

壳聚糖澄清法代替醇沉法制备平疣口服液

南京军区南京总医院(210002) 李汉保* 谢虞升 任海祥 徐学银

摘 要 采用壳聚糖澄清法代替原工艺的醇沉法,制备平疣口服液,不仅澄清效果好,而且采用 TLC 法及 HPLC 法比较了两种工艺的层析行为及芍药甙的含量,亦无明显的影响,为壳聚糖作澄清剂提供了依据。

关键词 壳聚糖 澄清剂 TLC 法 HPLC 法 含量测定 芍药甙

平疣口服液由板蓝根、赤芍、红花、木贼草、露蜂房等多味中药组成,具有清热解毒、活血化瘀等功能,临床用于扁平疣的治疗,有较好的疗效。原生产工艺采用水煎醇沉法工艺,需耗用大量的酒精,成本较高,现改用水煎壳聚糖澄清法,取得了较好的澄清效果,为考查其对有效成分有无影响,采用 TLC 法比较了两种工艺对其中赤芍等成分层析行为有无差异,并采用 HPLC 法比较了两种工艺所得产品芍药甙的含量。

1 仪器与试药

1.1 仪器:P200 高压恒流泵,不锈钢柱(柱长 25cm,内径 4.6mm),UV200 紫外可变波长检测器,WDL-色谱工作站(中国科学院大连化学物理研究所,国家色谱中心产品)。

1.2 试药:芍药甙对照品:中国药品生物制品检定所,壳聚糖:上海华凯科技贸易公司,甲醇:色谱纯。

2 实验方法及结果

2.1 对照品溶液的制备:取减压干燥至恒重的芍药甙一定量,精密称定,用 50%甲醇配成一定浓度的溶液(51.6 $\mu\text{g/mL}$)。

2.2 壳聚糖溶液的配制:取壳聚糖用 1%的醋酸液配成 1%的液溶。

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 平疣口服液的制备:按处方称取各药,水煎 3 次,煎液合并,浓缩成药-水比为 1:1 备用。

2.3.2 供试液的制备:取平疣口服液 5 mL 3 份,分别置 3 支试管中,第 1 管不加澄清剂,第 2 管加乙醇 5 mL,第 3 管加壳聚糖液 0.5 mL,摇匀放置,第 3 管 80℃加热 10 min,各管离心 10 min(3000 r/min),取上清液用正丁醇萃取 4 次,合并正丁醇液,挥去溶剂,残渣加 50%甲醇溶解,滤入 25 mL 量瓶中,并用同一溶剂洗涤容器及滤器,滤入量瓶中并定容至刻度为原液,摇匀。取原液 2 mL 至 10 mL 量瓶中,用 50%甲醇定容至刻度,摇

* Address: Li Hanbao, Nanjing Army Nanjing General Hospital, Nanjing