

冰醋酸-浓硫酸反应:取药液 2 mL,在水浴上蒸干,用 1 mL 冰醋酸溶解残渣,加入 1 mL 冰醋酸-浓硫酸(19:1)混合均匀,出现一系列颜色变化。

3.3 局部刺激试验:用豚鼠作试验,复方喷鼻剂无明显局部刺激反应,符合医院制剂规定的标准。

3.4 稳定性试验:本品 3 批产品,在贮存条件下(室温 17℃~35℃)存放 9 个月后,色泽(红棕)、澄明度(澄明)、pH 值(6.3)均无明显变化。

3.5 卫生学检查:按药品卫生检验法进行 9

个月卫生学考察均符合规定。

4 讨论

4.1 目前治疗鼻炎的药物较多,但适合于治疗学龄儿童慢性化脓性鼻窦炎、过敏性鼻炎的药物较少,复方喷鼻剂疗效较佳、副作用小,适于学龄儿童应用,具有广泛的开发前景。

4.2 复方喷鼻剂由于有效成分复杂,且性质差异大,要建立一套完善的方法对其进行质量控制,目前还很困难。需要今后进一步研究。

(1996-06-18 收稿)

紫外分光光度法测定柴黄口服液中黄芩甙含量

山东省中医药研究所(济南 250014)
山东平阴阿胶厂

张玲* 徐新刚 时延增
王京城 孟立新 丁士伦

摘要 应用紫外分光光度法测定柴黄口服液中黄芩甙含量。采用加酸沉淀后直接测定,有效地消除了干扰组分的影响,方法简便、快速、准确,结果满意。

关键词 紫外分光光度法 柴黄口服液 黄芩甙

柴黄制剂为传统中医药治疗风热感冒的方剂之一,广为医家采用。柴黄口服液是由柴黄片剂型改制而成。为保证药品质量,进行了制剂中黄芩甙含量测定方法研究。目前黄芩甙的测定方法有薄层扫描法^[1],薄层色谱-分光光度法^[2]及紫外分光光度法^[3]。我们采用加酸使黄芩甙沉淀,乙醇溶解后紫外分光光度法直接进行测定,方法简便、快速、灵敏度高,重现性好,且无其他成分干扰,可作为制剂的质控标准。

1 仪器与药品

仪器:UV-265FW 紫外分光光度计(日本岛津)。

黄芩甙对照品:由中国药品生物制品检定所提供。柴黄口服液:山东平阴阿胶厂生

产。

试剂:均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试样品液及对照品溶液的制备:样品液的制备:精密量取口服液样品 2 mL,每批样品各取 3 份,置小烧杯中,精密加入水 3 mL,加盐酸调 pH 至 1~2,滤过,沉淀用乙醇溶解并转移至 250 mL 量瓶中,加乙醇至刻度,滤过,精密量取续滤液 5 mL 转移至 25 mL 量瓶中,定容至刻度,摇匀,作为样品液。

空白对照液的制备:按处方量取除黄芩外其他药味,按口服液制备工艺制成空白对照口服液,并按样品液的制备方法制成空白对照样品液。

对照品溶液的制备:精密称取 105℃干

* Address: Zhang Ling, Shandong Institute of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica, Jinan

燥至恒重的黄芩甙对照品 1 mg,以乙醇溶解,定容至 50 mL,作为对照品溶液。

2.2 测定条件的选择

2.2.1 不同 pH 值对黄芩甙含量的影响:精密吸取口服液 2 mL,共取 3 份,精密加入水 3 mL,用盐酸调 pH 至不同 pH 值,余下按样品液制备项下操作,制成不同 pH 值酸化的样品液。照分光光度法,在 279 nm 波长处测定吸收度,按黄芩甙($C_{21}H_{18}O_{11}$)的吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)为 673 计算,结果见表 1。

表 1 不同 pH 值酸化对黄芩甙含量的影响

口服液取样量(mL)	酸化后 pH 值	黄芩甙含量(mg/mL)
2	1.01	18.34
2	1.02	18.07
2	2.02	18.18
2	2.01	18.66
2	3.01	16.93
2	3.03	16.35

2.2.2 空白对照液对测定黄芩甙的影响:精密量取空白对照液 1 mL,样品液 1 mL,按上述方法依法操作,测定,黄芩甙对照品液、样品液及空白对照液紫外吸收曲线见图 1。

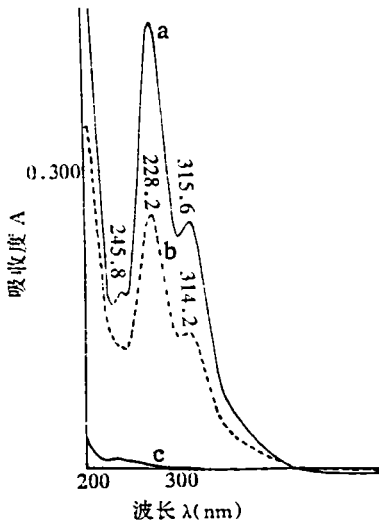


图 1 样品紫外吸收曲线

a-黄芩甙 b-样品 c-阴性对照

2.3 重现性实验:精取同一批号口服液样品,共取 5 份,按上述方法依法操作,测定,结

果 $RSD=0.98\%$ 。

2.4 稳定性试验:样品液测定后,每隔 30 min 再测定吸收度,结果表明,样品液 2 h 内基本稳定。

2.5 样品测定:取不同批号样品,依法测定,计算,结果见表 2。

表 2 口服液中黄芩甙含量测定结果

批号	黄芩甙含量(mg/mL)	SD	RSD(%)
950305	18.54	0.0656	0.36
950620	17.98	0.0850	0.47
950506	18.83	0.1054	0.56
940921	18.67	0.1106	0.59
941115	18.05	0.1552	0.86
941010	17.89	0.1473	0.82

2.6 回收率试验:精密称取不同量的 3 份黄芩甙,分别加入到不同体积的已知含量的口服液样品中,依法测定黄芩甙含量,计算回收率。结果回收率分别为 99.60%、100.45%、100.96%。

3 结论

3.1 应用紫外分光光度法直接测定口服液中黄芩甙含量,不同含量加样回收率为 99.60%、100.45%、100.96%,具有方法简便、快速、准确度高、精密度好,且无其他成分干扰的优点,可作为本制剂的质控方法。

3.2 据文献报道,采用紫外分光光度法测定液体制剂中黄芩甙含量,较薄层扫描法简便、快速、稳定、灵敏度高,但存在其他成分干扰影响测定准确度的问题^[5,6]。我们设计了加酸沉淀,以乙醇溶解后直接测定,操作简便,提取率高,杂质少,有效地消除了干扰组分的影响,适用于其他含黄芩甙的液体制剂(注射液、口服液)中黄芩甙的含量测定。

参考文献

- 1 李学斌,中成药,1992,14(8):16
- 2 邵礼铮,等.中草药,1990,21(7):18
- 3 陆蕴如,等.药物分析,1983,3(5):302
- 4 葛建华,等.现代应用药学,1990,7(5):40
- 5 杨桦,等.中国中药杂志,1991,16(8):474
- 6 栾士香,等.哈尔滨医科大学学报,1989,23(6):447

(1996-10-22 收稿)