

砷盐检查法检查,所显砷斑点颜色不得深于标准砷斑点。

3.2 抗干扰实验:取雄黄 66 g,加辅料适量制成 1000 片,照样品测定方法测定,结果两者砷斑颜色深浅一致,说明黄药子、重楼、八角莲对三氧化二砷测定无干扰。另取本品 40 片,分为 2 份,每份 20 片,一份不去糖衣,同样品测定方法操作,另一份去糖衣(注意不要损耗片心),精密称定,研细,精密称取适量(15 片重),同上法操作,结果两者砷斑颜色深浅一致,说明糖衣无干扰。为便于操作,故不去糖衣。

4 讨论

4.1 本文中颜色反应专属性强,其它药材及空白试验呈负反应。

4.2 薄层色谱检查黄药子、重楼,方法简便,结果明显。

4.3 由于雄黄中游离三氧化二砷的存在,必须严格控制,故制订了三氧化二砷限量检查,方法可靠,可作质控重要指标之一。

(1997-03-14 收稿)

脑乐饮中松叶的薄层色谱鉴别

广西药品检验所(南宁 530021) 谢 东

松叶为松科植物马尾松 *Pinus massoniana* Lamb. 的鲜叶或干燥叶,具有祛风通络,养肝明目,燥湿止痒的功效,常用于治疗流行性感,慢性支气管炎,风湿关节痛,腰痛脚弱,头风头痛,跌打肿痛,夜盲症,失眠,高血压病等,是脑乐饮的主要成分之一。查阅目前文献中,未见松叶的薄层色谱鉴别,为了对脑乐饮进行有效的质量监督,我们在工作中反复试验,建立了一种良好的薄层色谱条件,能有效检出脑乐饮中的松叶,取得了满意的效果。

1 仪器与试剂

1.1 三用紫外线分析仪,939 型薄层制板器,定量毛细管,硅胶 G(青岛海洋化工厂),所用试剂均为分析纯;脑乐饮:由广西医科大学制药厂提供,松叶对照药材:由广西药品检验所提供。

2 实验方法及结果

2.1 松叶对照药材溶液的制备:取松叶对照药材 1.5 g,剪成小段,加水煎煮 1 h,滤过,滤液浓缩至约 30 mL,加氯仿-丙酮(1:1)混合溶液 30 mL 振摇提取,分取氯仿-丙酮混合溶液,过滤,滤液蒸干,残渣加无水乙醇 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。

2.2 阴性对照溶液的制备:按处方量,取去除松叶的其余药材,照脑乐饮制法同法制备缺松叶的阴性对照溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取脑乐饮 30 mL,加氯仿-丙酮(1:1)混合溶液 30 mL,照对照药材制法同法

制得供试品溶液。

2.4 薄层色谱条件及结果:按《中国药典》1995 年版一部附录 VIB 试验。吸取上述 3 种溶液各 10 μ L,分别点于同一含 1%氢氧化钠溶液为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇(10:5:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰(图 1)。

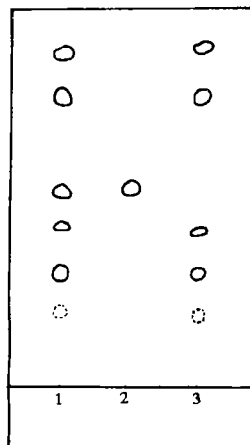


图 1 薄层图

1-脑乐饮样品 2-松叶对照药材
3-阴性对照(缺松叶)

(1997-05-07 收稿)