

料比色法基础上加以改进,因滴丸基质 PEG-6000 可与溴麝香草酚蓝络合,经氯仿萃取后显黄色,在 422 nm 处有吸收,干扰麻黄总生物碱的测定,为此我们根据麻黄类生物碱可溶于乙醚及水,而 PEG-6000 则不溶于乙醚的性质,首先将样品碱化,加入乙醚萃取,从而避免了 PEG-6000 的干扰。

3.2 残渣用 pH7.4 缓冲液溶解时应加热并放置 30 min,使之完全溶解以减少溶解、转移过程中的损失,确保测定结果准确可靠。

3.3 由溶出曲线可知,滴丸的溶出特点是在 2 min~13 min 内溶出速率最快,并达到溶出高峰,无滞后时间($m < 1$),13 min 以后则缓慢溶出。每次取样时间由预实验结果确定。

3.4 两种转速下的溶出曲线有显著的差异,100 r/min 与 150 r/min 的 T_{50} 之比为 1.77 倍, T_d 之比为 1.73 倍,释放量达到最大所需时间 T_{max} 分别为 45 min(150 r/min),70 min(100 r/min),若规定 60 min 内释放完全,则 100 r/min 下测得的 T_{max} 达不到要求,因此,必须选择合理的转速。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典·二部.北京:人民卫生出版社,1995 附录 XC:66
- 2 何群,等.中草药,1995;26(9):463
- 3 何群,等.中草药,1996;27(3):150
- 4 王义海,等.中成药,1995;17(9):9
- 5 刘汉清,等.中成药,1991;13(2):7

(1997-07-25 收稿)

复方黄芩滴耳剂的研制

天津医科大学附属卫校(300203)

乔艳 张秀荣* 王凤有

急、慢性化脓性中耳炎是临床常见的耳部疾病,如单用抗生素滴耳液治疗效果不佳,有些中草药有较广的抗菌谱,为此,我们研制了复方黄芩滴耳剂。

1 仪器与试剂

UV-760 分光光度计;黄芩对照品(中国药品生物制品检定所);所用试剂均为分析纯。

2 处方及制备

2.1 处方:黄芩 400 g、黄连 200 g、黄柏 200 g、95%乙醇 100 mL、甘油 200 mL,蒸馏水加至 1 000 mL。

2.2 制备方法:取黄芩、黄连、黄柏按煎煮法,水煎 3 次,每次 40 min,合并煎煮液,趁热过滤,滤液浓缩至适量,加 95%乙醇 100 mL,加甘油 200 mL,加蒸馏水至 1 000 mL 混匀即得。

3 含量测定

本品为黄棕色粘稠液体,pH 值为 5.0~6.0。

3.1 标准储备液的制备:称取黄芩苷对照品 4 mg,精密称定,置 100 mL 容量瓶中,加 70%乙醇至刻度,摇匀,备用。

3.2 样品液的制备:精密量取滴耳剂 1 mL,置 100

mL 容量瓶中,加 70%乙醇至刻度,摇匀,过滤。精密量取续滤液 2.5 mL,置 100 mL 容量瓶中加 70%乙醇至刻度,摇匀,备用。

3.3 空白对照液的制备:按处方量取除黄芩外其他味药,按滴耳剂制备方法制成空白对照滴耳剂,并按样品液的制备方法制成空白对照样品液。

3.4 吸收波长的选择:吸取标准品液和样品液用紫外分光光度计在 200 nm~500 nm 波长范围扫描,最大吸收波长均为 279 nm,与药典规定一致。

3.5 标准曲线的制备:精密量取黄芩苷标准储备液适量,分别配成系列浓度的溶液,以 70%乙醇为对照,在 279 nm 波长处测定吸收度,结果见表 1。

回归方程 $C = 14.3362A + 0.0877$, $r = 0.9999$ 。

表 1 不同浓度黄芩苷的测定结果

浓度($\mu\text{g/mL}$)	吸收度(A)	浓度($\mu\text{g/mL}$)	吸收度(A)
2.28	0.152	8.36	0.581
3.80	0.255	9.88	0.684
5.32	0.370	11.40	0.785
6.84	0.470		

3.6 样品测定:取样品液,以空白为对照,在 279

* 天津市东丽医院

nm 波长处测吸收度,代入回归方程计算含量。

3.7 回收率测定:在空白对照滴耳剂中,分别加入一定量的黄芩苷对照品,按样品液制备及测定方法进行测定,计算并求出加样回收率,结果 $\bar{x}$ 为 100.0%,RSD 为 0.65%($n=5$)。

4 讨论

4.1 黄芩有较广的抗菌谱,对多种细菌有抑制作用,黄连、黄柏也都有很好的抗菌作用,临床用于治疗化脓性中耳炎已取得较好疗效(中药大辞典·下

册·上海科技出版社,1986:2017)。

4.2 应用紫外分光光度法直接测定滴耳剂中主要成分黄芩苷含量,方法简便、准确、灵敏度高。此法可作为本滴耳剂的质控方法。

4.3 因外耳道发炎时 pH 值多为 7.1~7.8,碱性环境有利于细菌生长,所以外耳道用药的 pH 值最好为弱酸性,故本制剂 pH 值为 5.0~6.0。

(1997-12-18 收稿)

健肠泄痢康胶囊质量标准研究

广西柳州市中药厂(545007) 李 玲
中国药品生物制品检定所 马双成

健肠泄痢康胶囊由葛根、黄连等中药组成,用于小儿及成人病毒性、细菌性腹泻。我们采用薄层分析法对其中葛根进行了定性检出,并用双波长薄层扫描法对其中的小檗碱进行了定量分析,可有效地控制产品质量。

1 仪器与试剂

日本岛津 CS-9000 型薄层扫描仪,定量毛细管(美国 DRUMOROL SCIENTIFIC CO),硅胶 G(青岛海洋化工厂),所用试剂均为分析纯;健肠泄痢康胶囊(柳州市中药厂);盐酸小檗碱、葛根素对照品(中国药品生物制品检定所)。

2 定性鉴别

2.1 供试品溶液制备:取本品 0.5 g,研细,加入乙醇 30 mL 回流提取 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣用 0.3% NaOH 溶液 15 mL 溶解后转入分液漏斗中,以稀 HCl 调 pH 值到 5~6 后,用乙酸乙酯萃取,萃取液经无水硫酸钠脱水后,蒸干,残渣用 2 mL 乙酸乙酯溶解,即得。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取葛根素对照品,以无水乙醇制成约 1mg/mL 的溶液,即得。

2.3 空白对照液制备:按健肠泄痢康胶囊处方,从中除去葛根药材,模拟工艺制成空白对照品,按供试品项下方法制成空白对照液。

2.4 层析及结果:将供试品液 10 μ L、空白对照液 10 μ L、对照品溶液 2 μ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇(8:2)为展开剂上行展开约 15 cm,取出,晾干,置入氨缸中 10 min 后,于 365 nm 紫

外灯下观察,供试品与对照品在相应位置上有一蓝色荧光斑点,阴性对照液无相应斑点。见图 1。

3 胶囊中盐酸小檗碱的含量测定

3.1 实验条件

3.1.1 层析条件:硅胶 G-0.5% CMC-Na 薄层板,110 $^{\circ}$ C 活化 0.5 h,展开剂:苯-醋酸乙酯-甲醇-异丙醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3),置氨蒸气饱和的层析缸中展开。

3.1.2 扫描条件:双波长 $\lambda_R = 550$ nm, $\lambda_S = 425$ nm,反射法锯齿形, $S_x = 3$ 。

3.1.3 对照品溶液与供试品溶液制备:精密称取盐酸小檗碱对照品,用 1% HCl 甲醇制成 0.4 mg/mL 的溶液。

取本品适量研细,过 60 目筛,取约 0.5 g,精密称定,用乙醇 50 mL 回流提取 2 h,提取液置水浴中蒸干,残渣以 10 mL 1% 盐酸甲醇液溶解。

3.1.4 薄层层析:取供试品液 2 μ L,对照品液 2、4 μ L,点于薄层板上,依上述条件层析、扫描。

3.2 线性关系:精密称取盐酸小檗碱对照品,用 1% 盐酸甲醇液配成 0.5 mg/mL 溶液,点样 2、4、6、8、10 μ L,按上述层析、扫描,测定峰面积积分值。

结果表明,盐酸小檗碱在 1 μ g~5 μ g 之间与峰面积呈一不通过原点的直线,回归方程为:Y=1.1

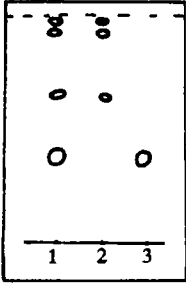


图 1 葛根素 TLC 图