

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,反射光锯齿形, $S_x = 3$ 。

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: $Y = 1.1$

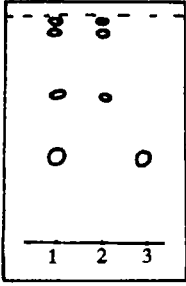


图 1 葛根素 TLC 图

$\times 10^3 X + 7.6 \times 10^3, r = 0.9997$ 。

3.3 精密度考察:在同一块薄层板上点 5 个 $2 \mu\text{L}$ 对照品液,按上述方法展开,扫描,测定斑点积分值,变异系数为 2.86%。

3.4 稳定性实验:取对照品液点于薄层板上,层析后,每隔 0.5 h 扫描 1 次,取 6 h 内的测定结果,计算 $\text{RSD} = 1.97\%$,说明层析后斑点在 6 h 内稳定。

3.5 回收率实验:取已测得含量的样品 0.25 g,精密称定后,加入定量的盐酸小檗碱,依法测定,结果 $\bar{X} = 98.97, \text{RSD} = 2.31\% (n = 5)$ 。

3.6 样品测定:按上述方法测定 5 批样品,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

批号	盐酸小檗碱含量(mg/g)	RSD(%) (n=3)
950124	14.53	0.99
950303	12.57	3.14
950424	16.22	1.91
950415	14.41	1.69
940320	14.05	2.38

4 讨论

4.1 在含量测定实验中要注意将薄板点好样品后置氨饱和 20 min 后的层析缸中展开。

4.2 由于成药中所用黄连产地与采收期不同,故产品中盐酸小檗碱的含量亦有差异。

(1997-12-08 收稿)

天然澄清剂与乙醇沉淀对中药口服液中钙含量影响比较

南京军区南京总医院(210002)

谢虞升 李汉保 宋炳生

麻杏口服液主要由炙麻黄、金银花、杏仁、石膏等多味中药组成,临床多用于外感发热、咳嗽等症,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,操作麻烦,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,采用滴定法比较了两种工艺对其中石膏的含量影响。

1 实验用试液及样品的制备

1.1 0.05 mol/L 乙二胺四醋酸二钠滴定液、氢氧化钠试液、钙黄绿素指示剂,按药典法配制标定。

1.2 壳聚糖澄清剂的配制:取壳聚糖 1 g,加 1%醋酸液至 100 mL。

1.3 样品的制备

1.3.1 麻杏口服液:按处方称取各药,水煎 3 次,煎液合并,浓缩成药水比例为 1:1 备用。

1.3.2 供试液:取麻杏口服液 100 mL 各 3 份。第 1 份不加澄清剂;第 2 份加 1 倍量乙醇沉淀,过滤,挥去乙醇;第 3 份加 1%壳聚糖液,80 °C 加热数分钟,待沉淀出现后过滤。将上述样品置水浴上蒸干,各加浓硫酸 10 mL 炭化,并加热至炭化完全,冷却后,再加水适量,搅拌过滤,滤液置 100 mL 容量瓶中定容,备用。

2 含量测定及结果

2.1 含量测定:取上述样品各 25 mL 3 份,加水 100 mL 与钙黄绿素指示剂少量,用 0.05 mol/L 乙二胺四醋酸二钠滴定,至溶液的黄绿色荧光消失即得。

2.2 测定结果:见表 1。

表 1 麻杏口服液中硫酸钙含量

试液	含量%		$\bar{x}\%$	RSD%
不加澄清剂	0.1566	0.1549	0.1555	0.69
加乙醇	0.0336	0.0336	0.0344	1.22
加壳聚糖	0.1536	0.1537	0.1536	0.04

3 讨论

3.1 从测定结果可看出,用壳聚糖澄清及未加澄清剂的药液中的硫酸钙含量基本相同,而用醇沉法药液中的硫酸钙含量明显减少。

3.2 麻杏口服液的制备,就其中石膏而言,本身水中溶解度不大,在醇中几乎不溶,用水煎法可溶出部分硫酸钙。若用醇沉淀法,将大大降低溶解度,钙含量也大大降低。因此在制备麻杏口服液时,为提高其澄明度,选用新型天然澄清剂壳聚糖是比较理想的。

(1997-11-18 收稿)