

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

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 $RSD=1.97\%$,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 $\bar{X}=98.97, RSD=2.31\% (n=5)$ 。

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)