

70%的 0.1B 不加热处理,静置 2 h,沉淀迅速完全,滤过即得澄清药液。

2.4 成品澄明度:按上述工艺制备蚁宝口服液,高温灭菌后,药液澄明,无沉淀物析出。口感好。放置 3 个月观察,溶液仍然澄明,无沉淀析出。

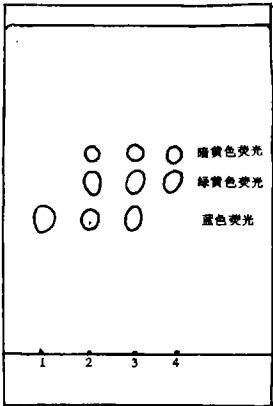
3 可行性验证

取同批号的原药材分别按原工艺(样 1)和新工艺(样 2)配制 1 000 mL 成品,按质量标准检验,结果

见表 1。其中,鉴别①为黑蚂蚁中蛋白质、氨基酸类成分的鉴别;②为甘草、陈皮中黄酮类化合物的鉴别;③为陈皮中挥发油的鉴别;④为甘草、陈皮的薄层鉴别,见图 1。结果表明,新工艺符合

质量标准要求,较原工艺提取率略高,且保留了更多陈皮的挥发

油成分。



1-甘草(904-9103,中国药品生物制品检定所) 2-样 1(原工艺)
3-样 2(新工艺) 4-陈皮(969-9302,中国药品生物制品检定所)

图 1 甘草、陈皮的薄层分析图

表 1 蚁宝口服液质量检验结果

检验项目	标准规定	检验结果	
		样 1	样 2
性状	黄棕色液体	黄棕色液体	黄棕色澄明液
鉴别①	+	+	+
②	+	+	+
③	+	+	++
④	+	+	+
体积质量	≥1.02	1.04	1.04
pH 值	4.0~5.5	4.72	4.74
含氮量(mg/mL)	≥0.40	0.75	0.84
结论	符合标准规定		

4 讨论与结论

4.1 实验结果表明新工艺较原工艺先进可行,不仅彻底解决了澄明度问题,且耗时短,效率高,适合大生产(原工艺浸泡提取耗时 15 d),耗用的乙醇也相应减少。

4.2 采用 ZTC-Ⅲ 处理可得理想的澄明度,且经济方便,对药材有效成分无质量分析上的影响。

4.3 本试验方法有别于 ZTC-Ⅲ 的使用说明,待处理液可以是浓缩液也可以是准成品液,可推广应用。而后者规定用 1%A 和 1%B 处理,待处理液一般也配成准成品液,往往得不到澄明,改用本试验方法即可解决。我厂的口服液系列产品均采用本试验方法解决了澄明度问题。

(1998-10-28 收稿)

HPLC 法测定中风康丸中芍药苷的含量

辽宁省药品检验所(沈阳 110023) 王怡君* 郭兰建
沈阳中药厂 周文生 白 岩

中风康丸是由地黄、白芍、赤芍等 20 味中药制成的三类新药。临床用于中风恢复期的偏瘫。为有效地控制本品的质量,应用 HPLC 法测定中风康丸中芍药苷的含量。方法操作简便,重复性好,结果较为

满意。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪,SPD-10AVP 检测器,CLASS-VP 工作站。

* 王怡君 大学本科毕业,学士学位,现为主管药师。主要从事中药的显微鉴定及新药质量标准的研究、检验工作。曾参与《常用中药材组织粉末图解》一书的部分工作并有 5 篇论文发表在各类专业杂志上。

芍药苷对照品由中国药品生物制品检定所提供,乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件:色谱柱:十八烷基硅烷键合硅胶柱 Kromasil-C₁₈ (4.6 mm×200 mm);流动相:乙腈-0.025 mol/L 磷酸溶液(用三乙胺调节 pH 值至 3.1~3.3)(12:88);检测波长:230 nm;柱温、室温;流速:1 mL/min。

2.2 样品供试液的制备:取本品研细,精密称取粉末药 1 g,加甲醇 20 mL,超声处理 1 h,放冷,滤过,滤液通过一预先填好的中性氧化铝柱(200~300 目,4 g,内径 10 mm),残渣以甲醇洗脱,收集洗脱液置 50 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,取续滤液,作为供试品溶液。

2.3 空白样品液的制备:取除去白芍、赤芍的其余药材按处方及工艺制备阴性对照样品,并按供试品溶液制备方法制备空白对照溶液。

2.4 线性关系考察:精密称取 80℃干燥至恒重的芍药苷对照品,加甲醇溶解并制成 0.4428 mg/mL 的溶液。再精密量取 0.3、0.7、1.1、1.5、2.0 mL 分别置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,分别进样 20 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值为纵坐标,芍

药苷含量为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=2172.82+1226347.32X$, $r=0.9999$,表明芍药苷的进样量在 0.26~1.80 μg 的范围内呈良好的线性关系。

2.5 空白试验:分别取供试品溶液、对照品溶液及空白对照溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,结果供试品色谱图中在与对照品芍药苷峰处有保留时间相同的色谱峰,而空白对照在该处没有色谱峰出现,证明其它药材对芍药苷峰的检出无干扰。

2.6 重复性试验:取本品研细,精密称取 5 份,按上述方法及色谱条件测定,芍药苷平均含量为 4.33 mg/g, $RSD=1.8\%$ 。

2.7 加样回收试验:精密称取已知含量的样品 5 份,分别精密加入不同量的芍药苷对照品,按上述色谱条件测定,计算回收率,结果平均回收率为 98.86% ($n=5$)。

3 讨论

在样品测定过程中,分别测定了白芍和赤芍的芍药苷的含量,结果赤芍中芍药苷含量为 27.0~40.3 mg/g,白芍中芍药苷的含量为 9.1~9.5 mg/g,两者相差约 3 倍。

(1998-12-10 收稿)

薄层扫描法测定痰咳清中麻黄碱含量的研究

广州中药一厂(510130) 程艳阳 苏碧茹 冯所安 陈创然 罗清*

痰咳清为治疗肺热、咳嗽的方剂,由麻黄等中药组成。麻黄的主要成分麻黄碱具有发汗散寒,宣肺平喘之功效^[1]。我们用双波长扫描法对其含量进行了研究。

1 仪器和试剂

岛津 CS-9000 双波长飞点扫描仪(日本),CAM-AG 点样器、自动铺板机,硅胶 G(青岛海洋化工厂),麻黄(购于广州市药材公司),盐酸麻黄碱对照品(购于中国药品生物制品检定所),痰咳清自制,所有试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 供试液的制备:取样品约 6 g,于索氏提取器中

用 85%乙醇 250 mL 提至无色,回收乙醇至无醇味,用 1 mol/L NaOH 调 pH 至 12~13,加 1 g NaCl 振荡溶液,用乙醚萃取 5 次,每次 20 mL,合并乙醚液,低温蒸干,残渣加甲醇溶解定容至 5 mL。

2.2 药材对照液的制备:称取麻黄药材 1 g,于索氏提取器中用 85%乙醇提取 2 h,蒸干,残渣加甲醇溶解定容至 2 mL。

2.3 阴性对照液的制备:取除麻黄外的其它药材,按处方比例制成阴性样品,再按供试液项下制备方法制备。

2.4 标准对照溶液的制备:精密称取盐酸麻黄碱标准品 5 mg,用甲醇溶解定容至 5 mL,制成 1 mg/mL

* 广州中医药大学 1997 届实习生。