

表 1 样品中黄芪甲苷的含量

批 号	黄芪甲苷含量 (mg /g)	RSD(%)
970409	0. 13	2. 18
970410	0. 12	3. 07
970513	0. 15	2. 32
970515	0. 14	3. 14
970801	0. 12	2. 80

3. 5 加样回收率试验:精密称取已知含量的同一批号样品,准确加入黄芪甲苷对照品适量,依法测定,计算回收率。测定结果平均回收率为 98. 29% , $RSD=1. 40\%$ ($n=5$)

3. 6 稳定性考察:取样品溶液 8 μ L 点于薄层板上,展开,显色,每隔 30 min 测定一次,延续 3 h,结果表

明在该条件下 3 h 内黄芪甲苷的含量基本无变化, $RSD=1. 68\%$ 。

3. 7 精密度考察:精密吸取样品溶液 8 μ L,在同一块硅胶 G 薄层板上共点 5 个点,展开,显色,扫描测定其吸光度,结果 $RSD=2. 91\%$ ($n=5$)

4 讨论

通痹宁冲剂由多味中药组成,由于黄芪甲苷的含量较低,干扰成分多,经乙醚脱脂,正丁醇提取再经碳酸氢钠洗涤和柱层析的纯化,背景干扰基本无影响。

(1999-11-27收稿)

参麦注射液中人参皂苷含量测定

苏州医学院附属第二医院 (215004) 张全英* 施爱明 袁心慧

参麦注射液由人参、麦冬提取制成,临床上用于治疗休克、冠心病、病毒性心肌炎、慢性肺心病、粒细胞减少症等。人参皂苷是其主要成分之一,我们采用柱层析提取及分光光度法,测定参麦注射液中人参皂苷的含量,比较不同厂家参麦注射液的质量。

1 仪器及药品

2401 型紫外可见分光光度计 (日本岛津公司); ZTC4 型大孔吸附树脂 (天津正天成澄清技术有限公司);人参皂苷 Re 对照品 (中国药品生物制品检定所);参麦注射液 (浙江某药厂及四川某药厂,以下分别称 A 厂和 B 厂);化学试剂均为分析纯。

2 实验方法

2. 1 对照品溶液的制备:配制人参皂苷 Re 2 mg/mL 的甲醇溶液。

2. 2 标准曲线的制备:精密取对照品溶液 0, 10, 20, 40, 80, 120, 160 μ L,分别置 10 mL 具塞试管中,热风吹干,加 5% 香草醛冰醋酸溶液-高氯酸 (2: 8) (临用新配)的混合液 1. 0 mL,于 60 $^{\circ}$ C 恒温水浴放置 15 min,取出后冰水冷却,加入冰醋酸 5. 0 mL,混匀,立即分光光度法 544 nm 测定,以第一管空白为对照。绘制标准曲线,计算得回归方程为: $A=4. 303C-0. 0278$, $r=0. 9998$ 。

2. 3 供试品溶液的制备:精密吸取参麦注射液 1 mL,于已处理好的大孔树脂柱中,先用蒸馏水 30

mL 洗脱,弃去水液,再用 75% 乙醇 60 mL 洗脱,收集洗脱液,蒸干,加乙醇溶解并定量转移至 10 mL 容量瓶中,加乙醇稀释至刻度,为供试品溶液。

2. 4 重现性试验:精密吸取参麦注射液 1 mL,同供试品制备方法处理,在相同条件下平行测定同一批号参麦注射液样品 5 份,求得 RSD 为 1. 68%。

2. 5 回收率试验:精密吸取同一批号的参麦注射液 1 mL 共 3 份,加入人参皂苷 Re 对照品溶液 0. 1 mL,同供试品溶液制备方法处理并测定,回收率为 99. 37% , RSD 为 1. 25%。

2. 6 供试品的测定:精密吸取供试品溶液 1 mL 于具塞试管中,蒸干,加 5% 香草醛冰醋酸-高氯酸 (2: 8) (临用新配)的混合液 1. 0 mL,于 60 $^{\circ}$ C 恒温水浴中放置 15 min,取出置冰水中冷却,加入冰醋酸 5. 0 mL,混匀,立即在 544 nm 处测定吸光度,按标准曲线计算出供试品溶液中人参皂苷的含量。

2. 7 不同厂家参麦注射液中人参皂苷的含量:见表 1

表 1 不同厂家参麦注射液中人参皂苷含量比较				
厂家	规格	批号	人参皂苷含量 (μ g /mL)	RSD (%)
A 厂	10 mL/支	980613-2	2. 075	1. 35
A 厂	50 mL/瓶	980713-8	1. 831	1. 64
B 厂	10 mL/支	980202-1	1. 310	1. 08
B 厂	100 mL/瓶	980203	1. 452	1. 72

* 张全英 女,1985年毕业于中国药科大学,获学士学位,现任副主任药师,主要从事临床药学研究工作,参加固本生血丸、清脑片、宫复合剂等研制,并进行药效学研究和制剂质量标准的制订。建立“HPLC法同时测定三种抗癫痫药物血药浓度”等体内药物浓度监测方法。并进行药物配伍与稳定性等研究工作。

3 讨论

人参中主要有效成分为人参皂苷,以人参皂苷含量作为参麦注射液的质量指标,能较好地反映该制剂的优劣,方法简便可靠,用本法测定不同厂家参

麦注射液中人参皂苷含量,结果表明: A厂参麦注射液质量明显优于 B厂。

(2000-03-16收稿)

益脑宁片的质量控制探讨

黑龙江省鸡西市药品检验所 (158100)

赵慧敏* 李延雪

黑龙江省鸡西市人民医院

王志光

益脑宁片由鸡东制药厂生产,组方药物有何首乌、党参、山楂、麦芽、赤芍等,有益气补肾、活血、通脉之功。主治脑动脉硬化、冠心病、心绞痛、高血压、中风后遗症等。何首乌主要成分为大黄素,山楂中含有齐墩果酸成分,以上两种成分按《卫生部药品标准》^[1](以下简称“部颁法”)规定的 TLC 检识,对照品及对照药材斑点均不明显,鉴于此我们根据部颁标准并结合文献^[2]报道,对益脑宁片薄层层析方法进行了改进,结果明显,操作过程比部颁法简单、快速,为益脑宁片的质量控制提供参考。

1 仪器和试区

仪器:三用紫外线分析仪,薄层硅胶 G板(青岛海洋化工厂)。

试药:何首乌对照药材,大黄素、齐墩果酸对照品(中国药品生物制品检定所),试剂为分析纯。

2 方法和结果

2.1 部颁法:对照品液制备: a)配制齐墩果酸 1 mg/mL 对照品乙醇溶液。

b)配制大黄素对照品 0.2 mg/mL 的氯仿溶液。

样品液制备:鉴别 1 取样品 20 片,除去糖衣,研细,加乙醇 5 mL 超声处理 20 min,滤过,滤液回收乙醇至干,残渣加氯仿 5 mL 溶解,照柱色谱法(中华人民共和国药典附录 VI C)试验,加入已处理好的氧化铝柱(玻璃柱,内径为 9 mm,中性氧化铝 5 g,湿法装柱,用氯仿 20 mL 预洗)上用氯仿洗至洗脱液无色,再用乙醇 30 mL 洗脱,收集洗脱液,水浴蒸干,残渣加乙醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液(鉴别齐墩果酸)。

鉴别 2 取样品 10 片,除去糖衣,研细,加 1

mol/L 的硫酸 20 mL,回流提取 1 h,放冷,加水 10 mL 滤过,滤液用氯仿提取 2 次,每次 20 mL,合并氯仿提取液,水浴蒸干,残渣加氯仿 2 mL 溶解,作为供试品。另取何首乌对照药材 1 g 同法制成对照药材溶液(鉴别大黄素)。

2.2 实验法:对照品液制备: a)齐墩果酸:同部颁法制备。 b)配制大黄素 0.5 mg/mL 的乙醇溶液。

样品液制备:取样品 20 片,除去糖衣,研细,加氯仿 20 mL,超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加无水乙醇 3 mL 使溶解。另取何首乌对照药材 1 g,加氯仿 10 mL,同法制成对照药材溶液。

2.3 齐墩果酸的 TLC 检识:取对照品液及部颁法、实验法提取的样品液,点于硅胶 G 板上,对照品液 2 μ L,两法提取的样品液各 4 μ L,共点两块板,一号板用部颁法环己烷-氯仿-醋酸乙酯(20:5:8)为展开剂,二号板用实验法环己烷-醋酸乙酯-甲酸(30:10:0.4)为展开剂。展开后,晾干,用 10% 硫酸乙醇液显色,在 105℃ 加热约 5 min,观察显色斑点。结果见表 1。

表 1 齐墩果酸薄层比较

组 别		日光下 (紫色)	UV 灯下 (暗黄色荧光)
一号板 (部颁法)	对照品	明 显	明 显
	部颁法	较明显	不明显
	实验法	明 显	较明显
二号板 (实验法)	对照品	明 显	明 显
	部颁法	明 显	明 显
	实验法	明 显	明 显

大黄素的 TLC 检识:取对照品液、部颁、实验法提取的样品液及何首乌对照药材液,点于硅胶 G 板上,对照品液 2 μ L,两法提取的样品液、对照药材液各 4 μ L,共点两块板,一号板用部颁法正己烷-醋酸

* 赵慧敏,女,39岁,副主任药师。1982年毕业于黑龙江省中医学院中药系,学士学位。现从事药品检定工作。主要科研成果有新药复方止咳冲剂质量标准研究、药物卫生巾、纸、药物健身裤的质量标准研究、稳定性实验等。