

妇炎净颗粒质量标准的研究

吕沅珊, 华伟义, 刘兰英, 程毓英*

(天津药物研究院, 天津 300193)

中图分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)03-0221-02

妇炎净颗粒是治疗妇科疾病的新药,由丹参、蒲公英、土茯苓等中药组成,具有清热、除湿、化瘀、散结的功效。为有效控制其质量,我们采用了 HPLC 法对其君药丹参中主要有效成份之一的丹参酮ⅡA 进行了含量测定。用薄层色谱法对其处方中蒲公英、土茯苓进行了定性鉴别研究,结果满意。

1 仪器与试剂

岛津 LC-6A 高效液相色谱仪, SPD-6A 紫外检测器, C-R3A 数据处理仪。甲醇、乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯;对照品:丹参酮ⅡA 购自中国药品生物制品检定所;样品: 960707, 960709, 960711 3 批样品由本院中药室提供。

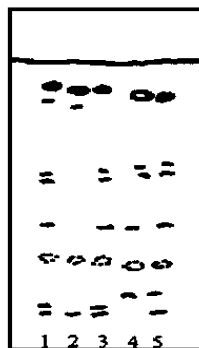
2 实验方法与结果

2.1 定性鉴别

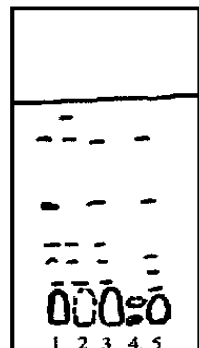
2.1.1 蒲公英的鉴别: 取本品细粉适量,加无水醇 7 mL,超声提取 30 min,滤液作为供试品溶液。另取蒲公英对照药材细粉 8 g,加无水乙醇 10 mL,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 年版一部附录 VI B)试验,吸取供试品溶液各 5 μ L,分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-水(8:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮溶液,于 105 $^{\circ}$ C 烘至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照药材谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,见图 1。

2.1.2 土茯苓的鉴别: 取本品细粉适量,加乙醇 50 mL,提取,滤过,滤液回收乙醇,残渣加硫酸水解,放冷,用氯仿提取,氯仿液蒸至 1 mL,作为供试品溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 年版一部附录 VI B)试验,吸取供试品溶液各 5 μ L,分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上,以氯仿-石油醚(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5% 磷钼酸乙醇液,于 105 $^{\circ}$ C 烘至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,见图 2。

2.2 丹参酮ⅡA 的含量测定



1 供试品溶液
2 阴性对照液
3 供试品溶液
4 蒲公英对照药材液
5 供试品溶液



1 供试品溶液
2 土茯苓对照药材溶液
3 供试品溶液
4 阴性对照液
5 供试品溶液

图 1 蒲公英薄层色谱图 图 2 土茯苓薄层色谱图

2.2.1 色谱条件: 色谱柱以十八烷基硅键合硅胶为填充剂(4.6 mm $\times$ 250 mm);检测波长 270 nm;理论板数按丹参酮ⅡA 峰计算应不低于 6000,丹参酮ⅡA 与其它峰得到有效分离。

2.2.2 供试品溶液的制备: 本品研细,取 1 g,精密称定,置 50 mL 棕色量瓶中,加 5 mL 水,温热化开,加入无水乙醇,摇匀定容。超声提取 20 min 后,放置过夜,滤过,弃去初滤液,续滤液作为供试品溶液。

2.2.3 对照品溶液的制备: 精密称取丹参酮ⅡA 对照品 10 mg,置 50 mL 棕色量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀;精密量取 2 mL,置 25 mL 棕色量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀即得。

2.2.4 线性关系的考察: 吸取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 μ L 进样,得回归方程: $Y = 342.939 X - 756$, $r = 0.9997$,结果表明: 丹参酮ⅡA 在 0.030~0.24 g 之间具有良好的线性关系。

2.2.5 精密度试验: 精密吸取上述对照品溶液重复进样 5 次,精密度良好, $RSD = 1.0\%$ 。

2.2.6 重复性试验: 取同一批号妇炎净颗粒样品 5

份,依次制备供试品溶液,分别依法测定。结果表明,本法重现性良好, $RSD=1.3\%$ 。

2.2.7 供试品稳定性考察:取供试品溶液,分别于当日和24 h后进样测定,测定值基本不变。

2.2.8 回收率试验:用加样回收法,取已知含量的妇炎净颗粒,分别添加丹参酮II A对照品,依法测定,平均回收率为98.0%, $RSD=1.8\%$ ($n=5$)。

2.2.9 3批样品含量测定:取3批样品依法测定,结果见表1。

表 1 样品测定结果				
样 品	960707	960709	960711	
丹参酮II A(mg/g)	0.186 3	0.173 0	0.156 2	

2.2.10 药材的含量测定:取丹参药材细粉0.1 g,依法测定3批丹参酮II A含量,结果见表2。

3 讨论

表 2 丹参药材中丹参酮II A的含量				
批 号	940101	940102	940103	
丹参酮II A含量(mg/g)	0.294 5	3.173 0	2.632 1	
RSD	3.8($n=2$)	2.1($n=3$)	3.5($n=2$)	

3.1 方中蒲公英与土茯苓无对照品对照,故采用蒲公英和土茯苓对照药材作对照,阴性无干扰。

3.2 丹参中主要有效成分之一为丹参酮II A,用1995年版药典方法测定,柱压太高,采用本法加入乙腈后,降低了柱压,并可延长柱使用时间。

3.3 在丹参中丹参酮II A的含量测定时,样品用乙醇超声提取,含量偏低,改用样品先用温水化开,再加无水乙醇提取,测定值较高。

3.4 本提取方法简便,分离度好,结果准确,相对误差小,对妇炎净颗粒3批测定结果表明丹参酮II A含量基本稳定,可做为其质控手段。

八宝丹胶囊稳定性研究

陈晓琳*

(厦门中药厂,福建 厦门 361009)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)03-0222-02

八宝丹是治疗湿热症的传染性病毒性肝炎、急性胆囊炎、急性泌尿系统感染等的传统名药,其主要成分(君药)牛黄,在制剂中有胆红素含量控制。为保证产品质量为贮存提供科学依据,我们根据胆红素在453 nm处有最大吸收^[1],用比色法定量,用初均速法进行加速破坏实验,对其稳定性进行了研究,预测八宝丹胶囊的有效期。

1 仪器与试剂

7230型可见分光光度计(上海分析仪器总厂),电热恒温水浴锅(上海医疗器械五厂),所用试剂均为分析纯,八宝丹胶囊(厦门鼎炉实业总公司,厦门中药厂)。

2 实验与结果

2.1 恒温加速破坏实验:取八宝丹胶囊内容物适量,分别置于不同温度的恒温水浴锅内恒温加热,一定时间取出,速冷至室温备用。

2.2 样品测定:精密称取经恒温加速实验的样品各0.15 g,分别置50 mL棕色容量瓶中,加醋酸-氯仿(1:4)混合溶液适量,摇匀,加10% NaHSO₃溶液2滴,再加混合溶液至刻度,超声处理10 min,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液1.0 mL,置10 mL棕色量瓶中,用混合溶液稀释至刻度,以相应的试剂为空白,在453 nm波长处测定吸光值,结果见表1。

2.3 数据处理模型^[2,3]:按下式计算不同温度时的

表 1 八宝丹胶囊中胆红素的测定结果 ($n=2$)

温度(K)	室温	338	343	348	353	358	363	368	373
时间(h)	0	36	24	16	12	8	6	4	2
吸光度(A)	0.456	0.444	0.444	0.439	0.441	0.439	0.438	0.429	0.438

平均速度(简称初均速) $V_i = \frac{A_0 - A_i}{t_i}$, A_0 为室温下的吸光度; A_i 为不同温度下经相应时间恒温后的吸光

度; t_i 是与温度相对应的时间(h), $i=1, 2, 3 \cdots m$
 V_0 ,分别取自然对数,以 $\ln V_0$ 代替 $\ln K$ 对 $1/T$

* 收稿日期: 2000-06-19