

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 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 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 A 含量,结果见表 2。

### 3 讨论

表 2 丹参药材中丹参酮 A 的含量

批 号	940101	940102	940103
丹参酮 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 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 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 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<sup>[1]</sup>,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% NaHSO<sub>3</sub> 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<sup>[2,3]</sup>: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),  $i = 1, 2, 3 \dots m$ 。

$V_{0,i}$  分别取自然对数,以  $\ln V_{0,i}$  代替  $\ln K$  对  $1/T$

作 Arrhenius 图, 求出直线相关系数  $r$ , 建立直线回归方程  $\ln V_i = a + b/T_i$ , 再根据公式  $\ln K_i = \ln A - E/RT$ , 求出活化能  $E$ , 式中  $R$  为气体常数。

按 Arrhenius 图, 将  $1/T_i$  外推至  $1/298$ , 求得 25 下的  $\ln V$ , 查反对数可求得  $V_{298K}$ , 即  $K_{298K}$ 。

根据一级反应的动力学方程式, 求出消耗 10%, 20%, 30% 需要的时间  $t_{0.9}, t_{0.8}, t_{0.7}$ 。

$$t_{0.9} = \frac{0.105}{K_{298K}} \quad t_{0.8} = \frac{\ln \frac{10}{8}}{K_{298K}} \quad t_{0.7} = \frac{\ln \frac{10}{7}}{K_{298K}}$$

## 2.4 数据处理结果

2.4.1 Arrhenius 图:  $\ln V = -11.938 \times 10^3/T + 27.264$ ,  $r = 0.9864$ 。

2.4.2 建立直线回归方程:  $Y = -11938X + 27.264$ ,  $r = 0.9864$ , 活化能  $E = 99.253 \text{ KJ/mol}$ 。

4.3 八宝丹的有效期预测:  $t_{0.9} = 4.34 \text{ a}$ ,  $t_{0.8} = 9.19 \text{ a}$ ,  $t_{0.7} = 14.70 \text{ a}$ 。

## 3 讨论

3.1 本实验的数据经线性回归呈直线相关, 说明本反应符合一级动力学反应过程。

3.2 从单测点法(或初均速法)测得室温下的贮存

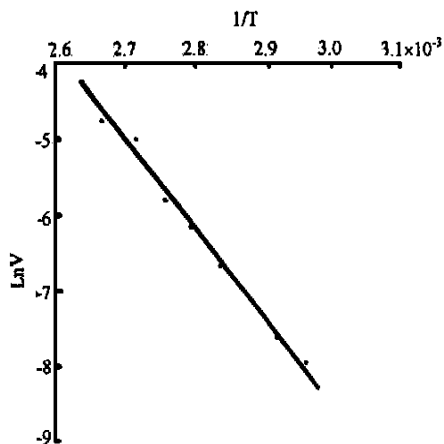


图 1 Arrhenius 图

期为 4.34 年, 为本产品生产和贮存提供依据。

### 参考文献:

- [1] 吴咏勤, 黄建平, 郑一民, 等. 紫外分光光度法测定八宝丹中胆红素含量的改进[J]. 中草药, 1996, 27(10): 596-597.
- [2] 丁青龙, 毛春红. 单测点法预测蛇胆川贝液的稳定性[J]. 中成药, 1994, 16(6): 8-9.
- [3] 丁青龙, 孙旭, 吴伯胜, 等. 蛇胆川贝液中胆酸的稳定性研究[J]. 中成药, 1996, 18(11): 5-6.

# 新生化冲剂鉴别方法改进

宋宝鹏<sup>1</sup>, 关冰<sup>2</sup>, 聂东东<sup>1\*</sup>

(1. 鸡西药检所, 黑龙江 鸡西 158100; 2. 绥化地区药检所, 黑龙江 绥化 152000)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)03-0223-02

新生化冲剂是根据生化汤改剂型而制成的一种妇科良药, 质量标准载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第五册。原标准鉴别 2) 项系鉴别当归中成分阿魏酸, 检验中发现该方法问题有: 方法中加适量硅藻土研磨均匀; 供试品处理需经 21 次萃取, 操作极为繁琐, 且试剂浪费严重; 展开系统, 展开后可见‘脱混’现象, 色谱斑点变形移位; 用苯做洗液及展开剂, 对人体有毒害。

据上所述, 拟对该鉴别项进行改进。

## 1 仪器及试剂

紫外光灯 (365 nm), SB5200 超声波清洗器。

所用试剂均为分析纯。当归对照药材及阿魏酸对照品均购自中国药品生物制品检定所。

新生化冲剂: 西安肇兴制药有限公司, 批号 000230。

## 2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备: 取本品 10 g, 研细, 加乙醇 20 mL, 超声提取 10 min, 滤液浓缩至 0.5 mL。

2.2 当归对照药材溶液的制备: 取当归对照药材 0.5 g, 加乙醇 10 mL, 超声提取 10 min, 滤过, 滤液浓缩至 1 mL。

2.3 阿魏酸对照品溶液的制备: 取阿魏酸对照品适量, 加无水乙醇制成 1 mg/mL 溶液。

2.4 阴性对照液制备: 按产品处方, 除去当归药材, 并按供试品溶液制备项下方法, 制成阴性对照液。

2.5 薄层层析及结果: 取供试品溶液、当归对照药