

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°C 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: $Y = -11.938X + 27.264$, $r = 0.9864$, 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

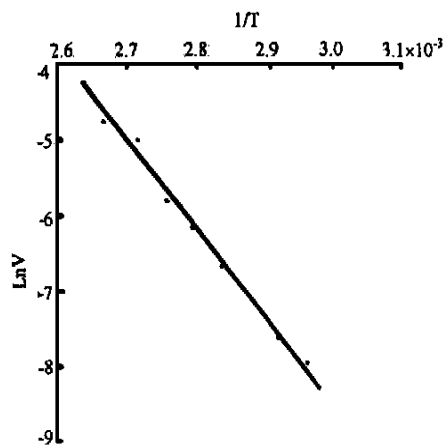


图 1 Arrhenius 图

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¹, 关冰², 聂东东^{1*}

(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 仪器及试药

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。

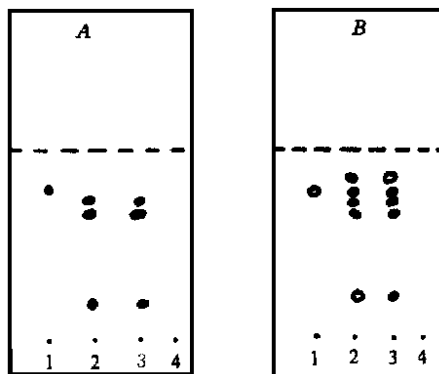
2.4 阴性对照液制备: 按产品处方, 除去当归药材, 并按供试品溶液制备项下方法, 制成阴性对照液。

2.5 薄层层析及结果: 取供试品溶液、当归对照药

材溶液、阿魏酸对照品溶液和阴性对照溶液,分别点于同一硅胶 G薄层板上,以石油醚 (30℃~ 60℃)-乙醚 冰醋酸^[1] (10: 10: 0.5)为展开剂,展开,取出晾干: 1)置紫外光灯下 (365 nm)检视,结果供试品与对照药材显相同的蓝绿色荧光斑点 (见图 1-A), Rf值为 0.72 2)喷以 8% 磷钼酸乙醇溶液,于 105℃烘约 10 min 结果供试品、对照品显相同颜色的斑点 (见图 1-B), Rf值为 0.8

3 讨论

3.1 曾采用乙醇提取,点于以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G薄层板上,以石油醚 醋酸乙酯 (17: 3)为展开剂 还采用乙醚提取,点于硅胶 G薄层板上,以正己烷 醋酸乙酯 (17: 3)或石油醚 (60℃~ 90℃) 醋酸乙酯 (17: 3)为展开剂,置紫外光灯下



1阿魏酸对照品 2当归对照药材

3供试品 4阴性对照

图 1 样品 TLC 图

(365 nm)检视,不清晰。后改用本文选用的展开剂,结果满意。

ZTC4-1天然澄清剂与乙醇用于黄芪精口服液除杂的对比研究

戴军平,朱建华,刘秀霞*

(江苏扬子江药业集团药物研究所,江苏 泰州 225321)

中图分类号: TQ461

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)03-0224-02

ZTC4-1天然澄清剂是一种新型食品添加剂,由 A B两组分组成,两组分依次加入,先与药液中的可溶性大分子形成复合物,进而形成絮状物,以达到除杂的目的。作者将黄芪精口服液用澄清剂及乙醇工艺处理,通过对黄芪甲苷的含量测定及留样观察,表明工艺 1(前者)优于工艺 2(后者)

1 仪器及试剂

LC-4A 液相色谱仪, SPD-6A 紫外可见检测仪, C-R4A 数据处理机 (日本岛津);试剂均为分析纯;黄芪甲苷 (中国药品生物制品检定所);黄芪药材 (江苏扬子江药业集团); ZTC4-1澄清剂 (天津正天成澄清技术有限公司)

2 方法与结果

2.1 黄芪精口服液除杂工艺

2.1.1 药液的制备:取黄芪药材,加水煎煮 2次,每次 1 h,滤过,滤液合并,浓缩成每毫升相当于 1 g 药材的药液,备用。

2.1.2 工艺 1天然澄清剂将 A组分用水配制成

1% 粘胶液, B组分用 1% 醋酸配制成 1% 的粘胶液 取 2.1.1项的药液 1 000 mL,加热至 80℃,按 3B: 2A 的比例先加入组分 B,边加边搅拌,使其均匀分散,保温 0.5 h后在 60℃ 时再加入组分 A,边加边搅拌,保温 30 min,然后冷藏 24 h,高速离心,分离沉淀物,加入其它添加剂,调 pH至 4.5,灌封,流通蒸气灭菌 30 min,观察澄清度

2.1.3 工艺 2取 2.1.1项下药液 1 000 mL,浓缩,加乙醇使含醇量达 65%,静置,滤过,回收乙醇,加水至 1 000 mL,冷藏 24 h,滤过,加入其添加剂,调 pH至 4.5,灌封,流通蒸气灭菌 30 min,观察澄清度。

2.2 黄芪甲苷的含量测定:色谱条件:戴军平,刘秀霞,张平兰,等. HPLC法测定黄芪口服液中黄芪甲苷的含量,西北药学杂志,1999,14(4): 149] YWG-C₁₈柱 (3.9 mm× 250 mm);流动相:乙腈-水 (1: 2.5);检测波长: 203 nm;流速: 1.2 mL/min;灵敏度: 0.08 AUFS

* 收稿日期: 2000-06-12

作者简介:戴军平 (1970-),男,毕业于西安交通大学药学院 (原西安医科大学药学院),工程师,主要从事中西药的研制开发。1998年研制开发的罗红霉素胶囊被泰州市 (地级市)评为科学技术进步奖,本人获该项奖二等奖,在国内期刊杂志上发表论文近 10篇。