

盆炎康胶囊的质量控制研究

朱晓薇,李庆和,吴高媛,阿里优*

(天津中医学院,天津 300193)

中图分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)04-0323-02

中药盆炎康胶囊是依据中医理法、方药的理论原则,结合多年的临床经验总结出的治疗慢性盆腔炎快捷有效的药物,经临床验证总有效率为93.33%。药效学实验研究表明,盆炎康有抑菌抗炎、抗粘连作用。为了控制产品的内在质量,对方中药材紫河车、丹参、莪术和陈皮进行薄层鉴别,用氮测定法测定动物药材紫河车、鹿角胶的含量

1 实验材料

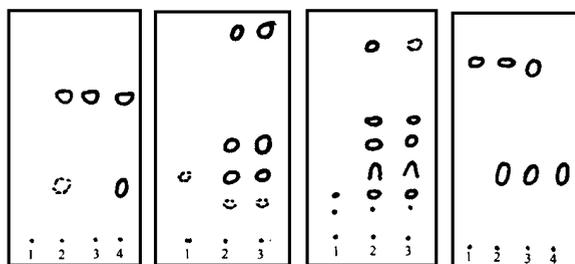
盆炎康胶囊由天津中医学院中医研究所实验药厂提供。对照药材购自天津中医学院门诊部药房,经鉴定与中国药典1995版所记载的品种相同。丹参酮II A橙皮苷对照品由天津市药品检验所提供。薄层色谱板:硅胶G-CM CN_a(5%)自制,经105℃活化30 min。所用试剂均为分析纯。

2 薄层色谱鉴别

2.1 丹参的鉴别:取本品内容物2g,以乙醚20 mL回流1 h,过滤,滤液自然挥干。残渣加乙酸乙酯20 mL溶解,作为供试液。称取丹参药材粉末1g置具塞烧瓶中,加乙醚10 mL,冷浸1 h,过滤。滤液挥干,残渣加乙酸乙酯2 mL溶解,作对照药材液。另取缺丹参的阴性样品2g,按供试品液方法制成阴性对照液。取丹参酮II A对照品,加乙酸乙酯制成1 mg/mL的对照液。取上述对照品液5μL,供试品液、对照药材液、阴性对照液各10μL,分别点于同一硅胶G薄层板,以苯-乙酸乙酯(19:1)上行展开,取出,晾干。日光下供试品、对照品及对照药材,显相应的暗红色斑点,阴性对照品无干扰。见图1

2.2 紫河车的鉴别:取本品内容物2g,置具塞烧瓶中,加氯仿10 mL,冷浸24 h,过滤。滤液浓缩至2 mL,作为供试液。取紫河车粉末1g,按供试液制备方法制成对照药材液。另取缺紫河车的阴性样品2g,按供试品液方法制成阴性对照液。取上述阴性对照液、供试液、对照药材液各10 mL分别点于同一

硅胶G薄层板,以苯-丙酮(9:1)上行展开,取出,晾干。以20%高氯酸溶液均匀喷雾,于105℃烘烤至呈现斑点。供试品、对照药材显相应的红色斑点,阴性对照品无干扰。见图1



1.丹参阴性对照	1.紫河车阴性对照	1.莪术阴性对照	1.陈皮阴性对照
2.供试品	2.供试品	2.供试品	2.供试品
3.丹参酮II A对照药材	3.对照药材	3.对照药材	3.对照药材
4.对照药材			4.橙皮苷

图1 样品薄层图

2.3 莪术的鉴别:取本品内容物3g,加石油醚30 mL,回流3 h,过滤。滤液回收石油醚至干,残渣加石油醚2 mL溶解,作为供试液。取莪术粉末1g,加石油醚10 mL,按供试液制备方法制成对照药材液。另取缺莪术的阴性样品3g,按供试液制备方法制成阴性对照液。取上述阴性对照液、供试液、对照药材液各10μL分别点于同一硅胶薄层板,以石油醚-乙酸乙酯(20:3)上行展开,取出晾干。以10% H₂SO₄溶液均匀喷雾,热风吹至斑点显色,供试品、对照药材显相应颜色的斑点。见图1

2.4 陈皮的鉴别:取样品内容物3g,加水60 mL,煎者1 h,过滤,滤液调节至25 mL。以水饱和的正丁醇萃取3次(30, 20, 20 mL)。合并正丁醇萃取液,蒸干,残渣以2 mL甲醇溶解,作为供试液。取陈皮粉末1g,加甲醇10 mL,冷浸24 h,过滤,滤液浓缩至2 mL,作为对照药材液。另取缺陈皮的阴性样品3

* 收稿日期: 2000-06-12

作者简介:朱晓薇(1955-),女,江苏人,副教授,1982年1月毕业于南京药学院药学系。研究方向:中药药剂及中药制剂质量控制。

* 本校99届留学硕士研究生

g,按供试液制备方法制成阴性对照液。取橙皮苷对照品,加甲醇制成 1 mg/mL对照液。取上述阴性对照液、供试液、对照药材液、橙皮苷对照液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G薄层板,以苯-乙酸乙酯-甲酸(3:2:2)上行展开,取出,晾干,在紫外灯下检测,供试品、对照药材、对照品显相应的亮黄色荧光斑点,阴性对照品无干扰。见图 1

3 定量分析

3.1 含量测定:由于本品含有紫河车、鹿角胶等动物药材,含量测定方法采用氮测定法。取盆炎康胶囊 10粒,取出内容物,于研钵中研磨混合均匀。取混匀的内容物 0.5 g,精密称定,按《中国药典》(1995年版一部附录I X L, 55页)氮测定法第一法进行,测得氮量乘以 6.25即为总蛋白质含量。测定结果 $RSD=2.68\%$ ($n=5$),见表 1

表 1 样品总蛋白质含量测定结果

序号	样品量 (g)	含氮量 (mg)	蛋白质含量 (%)
1	0.5287	19.58	23.12
2	0.4992	17.21	21.55
3	0.4992	17.62	22.06
4	0.5000	17.76	22.20
5	0.4997	17.76	22.66

3.2 回收率试验:采用加样回收法,按含量测定项下方法操作,结果为 99.%, $RSD=2.34\%$ ($n=5$)

4 小结

盆炎康胶囊系由十多味中药组成的复方制剂,以薄层色谱法可鉴别出主要药材紫河车、丹参、莪术、陈皮,以氮测定法控制制剂中总蛋白质含量为 22.32%。本法为盆炎康胶囊的生产提供了简便有效的质量控制方法。

薄层扫描法测定息喘丸中麻黄碱含量

何艺兰,王云*

(广州中药一厂,广东 广州 510130)

中图分类号: R927.2

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)04-0324-02

息喘丸由无患子根、五指毛桃、白花鬼灯笼等中药加盐酸麻黄碱组成^[1]。该制剂质量标准研究选择了盐酸麻黄碱的含量作为质量控制指标,我们用双波长扫描法对其含量进行了研究。

1 药品和试剂

岛津 CS-9000双波长飞点扫描仪(日本),CAMAG点样器,939薄层铺板机,硅胶 G(青岛海洋化工厂),盐酸麻黄碱对照品(中国药品生物制品检定所),息喘丸为本厂产品,所有试剂均为分析纯

2 方法与结果

2.1 方法学考察

2.1.1 供试液的制备:取息喘丸 10 g粉碎,精密称取 2 g,置三角烧瓶中,精密加入 25 mL乙醇,称定重量,浸泡 2 h,再超声提取 30 min,放冷至室温,精密称重,用乙醇补足至原重量,滤过,弃去初滤液,取续滤液作为供试品液

2.1.2 对照品溶液的制备:精密称取于 105 $^{\circ}$ C干燥 2 h的盐酸麻黄碱标准品 10 mg,置 10 mL量瓶中,

加乙醇溶解,稀释至刻度,摇匀,即得 1 mg/mL对照品溶液

2.1.3 薄层层析及扫描:分别定量吸取供试品溶液 2 μ L,对照品溶液 1,3 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶 G薄层板上,以氯仿-甲醇-氨水(100:8:1)^[2]为展开剂,上行展开至 8 cm,取出,晾干,喷以 0.5%茚三酮乙醇液,于 105 $^{\circ}$ C加热 5~10 min,显色,在薄层板上覆盖玻璃板,用胶布固定,进行双波长锯齿扫描,测定波长 520 nm,参比波长 670 nm,狭缝 0.4 mm \times 0.4 mm, $S_x=3$,按外标两点法计算供试品液中盐酸麻黄碱含量

2.1.4 线性关系考察:分别吸取对照品溶液 1,2,3,4,5 μ L点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶 G薄层板上,展开,显色,扫描。以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,回归方程 $Y=14140+77417X$, $r=0.9998$,结果表明盐酸麻黄碱在 1~5 μ g范围内呈线性关系

2.1.5 斑点稳定性试验:吸取对照品溶液,点于薄