

2.7 稳定性试验:取供试品溶液放置 0、2、8、12、24 h,测定鱼腥草素钠的质量分数,计算得 RSD 0.59%。

2.8 回收率试验:精密称取 040125 批样品(含鱼腥草素钠 9.92 mg/片)约 0.25 g,共 6 份,置 200 mL 量瓶中,分别精密加入 49.84 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 鱼腥草素钠的对照品液 10 mL,制备供试品溶液,测定,计算回收率。结果平均回收率为 98.95%,RSD 为 0.47%。

2.9 样品测定:将对照品溶液及供试品溶液 20 μL 分别注入液相色谱仪,记录色谱图。以外标法计算样品中鱼腥草素钠的质量分数,结果见表 1。

表 1 芒果止咳片中鱼腥草素钠的测定结果 ($n=2$)

Table 1 Determination of sodium houttuynonate in Mangguo Zhike Tablets ($n=2$)

批号	鱼腥草素钠/(mg·片 ⁻¹)	RSD/%
040125	9.92	0.1
040518	9.68	0.4
040519	9.73	0.8

3 讨论

比较了甲醇-水、甲醇-水-三乙胺、甲醇-水-四丁

基氢氧化铵 3 种流动相系统,结果发现后者具有最佳的分离效果。

选择检验波长时,参考文献报道^[1]为 286 nm。供试品溶液制备时如果用回流、超声等常规提取工艺,会导致药中其他成分溶出,干扰测定。由于鱼腥草素钠在流动相中极易溶解,所以供试品溶液的制备是直接加入流动相溶解。

文献报道鱼腥草素钠的测定方法有紫外法^[1]、碘滴定法^[2]和气相色谱法^[3]。由于芒果止咳片为复方中药制剂,成分复杂,其他成分对测定有干扰。采用气相色谱法时为使鱼腥草素钠在碱性溶液中分解,故提取癸酰乙醛进行测定,但癸酰乙醛本身性质不稳定,导致测定结果误差较大,且测定操作繁琐,加大在日常质量控制中的难度和工作量。因此本实验采用高效液相色谱法测定鱼腥草素钠,操作更简便,重现性及精密度更好,能更好地控制药品质量。

Reference:

[1] *Materia Medica Standards of State Drug Administration* (国家药品监督管理局药品标准) [S]. 2002.

苯酚-硫酸法测定固元胶囊中多糖

钱松祥¹, 石森林², 潘水珍³

(1. 浙江省中医院,浙江 杭州 310002; 2. 浙江中医学院,浙江 杭州 310013;

3. 浙江康莱特制药集团有限公司,浙江 杭州 310018)

固元胶囊由固元片剂改成,含黄芪、人参等多味中药,其有效成分主要为多糖。为了有效的控制质量,保证制剂的安全有效,本实验采用苯酚-硫酸法测定固元胶囊中多糖。

1 仪器与试剂

751—GW 紫外-可见分光光度计(上海第一分析仪器厂与惠普合资公司),SCQ—250 超声波清洗器,宁波埃美柯),葡萄糖对照品(中国药品生物制品检定所)。

苯酚试剂(取苯酚 100 g,加铝片 0.1 g 和碳酸氢钠 0.05 g,蒸馏,收集 182 $^{\circ}\text{C}$ 馏份)。固元胶囊(自制),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液的制备:称取无水葡萄糖对照品

适量,加水溶解制成 12 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的对照品溶液。精密量取对照品溶液 2.0 mL,置具塞试管中,加 4% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 7.0 mL,摇匀,置 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 30 min,取出,置冰水浴中放置 5 min,取出,作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备:取本品内容物,研细,精密称取 0.1 g,置 50 mL 量瓶中,加蒸馏水 40 mL,置预先加热至 50 $^{\circ}\text{C}$ 之下的超声器中^[1],超声提取(250 W,50 kHz) 30 min;超声结束后,待冷至室温,加蒸馏水至刻度,摇匀,离心(5 000 r/min) 15 min,精密量取上清液 2 mL,置 100 mL 量瓶中,加蒸馏水至刻度,混合均匀。精密量取 2.0 mL,置具塞试管中,加 4% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 7.0 mL,摇匀,置 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 30 min,取出,置冰水浴中放置 5 min,取出,作为供试品溶液。

2.2 标准曲线的绘制:精密称取干燥至恒重的无水葡萄糖 60 mg,置 100 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取对照品溶液 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL,分别置 50 mL 量瓶中,各加水至刻度,摇匀。分别精密量取上述溶液各 2.0 mL,置具塞试管中,各加 4% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 7.0 mL,摇匀,置 40 ℃ 水浴中保温 30 min,取出,置冰水浴中放置 5 min,取出,以同样处理的蒸馏水作空白,于分光光度计上在最大吸收波长 490 nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。葡萄糖在 0.006~0.030 μg/mL 与吸光度线性关系良好,回归方程为 $Y=9.87 X+0.03$, $r=0.995$ 。

2.3 精密度试验:取 12 μg/mL 葡萄糖对照品溶液,按标准曲线的绘制项下的方法进行测定,测定 5 次,结果吸光度 RSD 为 1.48%。

2.4 稳定性试验:取本品供试品溶液,分别于 20、30、40、60 min 测定吸光度,结果总多糖的测定在 60 min 内基本稳定,吸光度的 RSD 为 2.08%。

2.5 重现性试验:取同一批号的本品适量,共取 5 份,精密称定,制备供试品溶液,测定多糖的质量分

数,均值为 106.06 mg/粒,RSD 为 2.03%。

2.6 样品测定:对 10 批样品测定,结果见表 1。

表 1 固元胶囊中多糖测定结果 (n=2)

Table 1 Determination of polysaccharide in Guyuan Capsule (n=2)

批 次	多糖/(mg·粒 ⁻¹)	批 次	多糖/(mg·粒 ⁻¹)
20030410	105.5	20030622	127.2
20030411	109.6	20030623	123.5
20030412	111.3	20040108	137.3
20030413	107.8	20040109	140.6
20030621	124.6	20040110	144.8

3 讨论

由于本制剂处方中黄芪、人参芦头均含有多糖类成分,故本实验采用苯酚-硫酸法测定其总多糖。

在供试品溶液的制备过程中,首先以回流试验法提取,但由于本品中人参芦头为原粉入药,故其中所含的淀粉类成分在回流时可提取出来,在多糖的测定中使测定结果偏高;为了尽量减少皂苷及淀粉等其他杂质的干扰,供试品的处理方法选择在 50 ℃ 以下超声提取,如此则淀粉类成分不会提取出来。

滴加硫酸时,由于放热反应剧烈,置冷水中比空气中冷却效果好,测定的结果稳定,重现性好。

HPLC 法测定心可舒胶囊中丹酚酸 B

陈娇婷^{1,2}, 王跃生¹, 杨范莉¹, 詹怡飞¹

(1. 江西本草天工科技有限责任公司,江西 南昌 330006; 2. 广东康美药业有限公司,广东 普宁 515300)

心可舒胶囊由山楂、丹参、葛根、三七、木香 5 味中药组成,收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15 册,有活血化瘀、行气止痛,主要用于气滞血瘀型冠心病引起的胸闷、心绞痛、高血压、头晕、头痛、颈项疼痛及心律失常、高血脂等症。方中丹参具有活血祛瘀、舒心降压、扩张冠脉、降低胆固醇的作用,为方中主药。丹参水溶性酚酸类包括丹酚酸 A、丹酚酸 B、丹酚酸 C、迷迭香酸、丹参素、原儿茶醛等,其中丹酚酸 B 是质量分数最高的活性成分,因此本实验用 HPLC 法对丹参中所含丹酚酸 B 进行测定,以提高其标准,用于该制剂的质量控制。

1 仪器与试药

Agilent 1100 型高效液相色谱仪,AL104 分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

心可舒胶囊(山西德元堂药业有限公司提供,0.3 g/粒)、丹酚酸 B 由中国药品生物制品检定所提供(批号 11562-200403),乙腈(色谱纯)、甲醇(色谱纯)、重蒸馏水、其他试剂都为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备:精密称取本品内容物细粉约 0.3 g,置具塞锥形瓶中,精密加入 75% 甲醇 50 mL,密塞,称定质量,超声提取 30 min,放冷,称定质量,用 75% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取丹酚酸 B 对照品