

(一)如图1所示,PMH干糖浆的溶出速率大于PMH片,这是由于干糖浆不需要片剂那样有个崩解过程,其溶出参数见表2,结果表明PMH干糖浆的 T_d 、 T_{50} 明显小于PMH片。

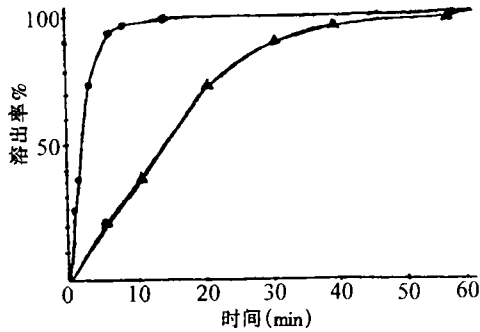


图1 两种异丙嗪制剂在37°C 0.01mol/L盐酸溶液中的溶出率

(●)干糖浆 (▲)片剂

表2 两种异丙嗪制剂的溶出参数

	45' 累计百分溶出率 n=6(%)	T_{50} (min)	T_d (min)
干糖浆	100%	0.86	1.47
片剂	96.71 ± 1.53	12.45	16.63

(二)6名健康志愿者的平均药物浓度时间曲线见图2,数据经PKBP— N_1 程序处理,按单室模型拟合较好,得出二种制剂的 C_{max} 、 T_{max} 、 $T_{1/2}$ 、AUC、值等药动学参数,见表3。结果表明,PMH干糖浆和片剂的 T_{max} 之间存在非常显著性差异($P < 0.01$)。上述结果表明,

PMH干糖浆与片剂进入体循环量没有差异,相对生物利用度为100.3%,但干糖浆的吸收度明显快于片剂。

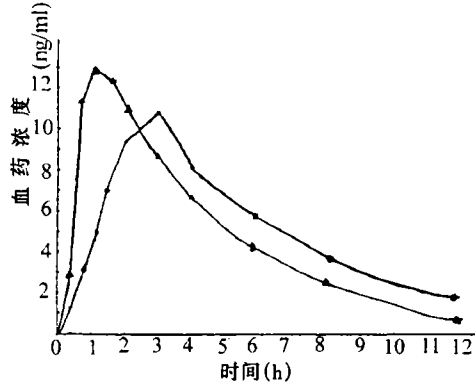


图2 健康人口服两种异丙嗪制剂后的血药浓度曲线

(▲)干糖浆 (●)片剂

表3 健康人口服两种异丙嗪制剂后的药动学参数

剂型	C_{max} (ng/ml)	T_{max} (h)	$T_{1/2}$ (h)	AUC (ng·h/ml)
干糖浆	12.66	1.06	2.78	63.47
片剂	9.42	2.63	2.62	63.27

参考文献

- [1]刘巍然,等. 贵阳医学院学报,1991;16(1):67
- [2]孙伟张,刘明蓉,曾仁杰,等. 中国医药工业杂志,1996;27(11):500
- [3]USP 23;1312
- [4]Bagli M, Rao ML, Hoflich G, et al. J chromat B Biomed Appl 1994, 657(1):141

养阴清肺颗粒质量标准的研究

李晓梅 周斌*张纯 郭澄 邵元福
(第二军医大学长征医院 上海 200003)

摘要 本文对养阴清肺颗粒中川贝母、牡丹皮、白芍和甘草的有效成份进行定性分析,并采用紫外分光光度法测定牡丹皮的有效成分丹皮酚含量,方法简便、快速、准确,可用于本品的质量控制。

关键词 养阴清肺颗粒;丹皮酚;定性分析;定量分析

*本校药学院92级本科实习学员

养阴清肺颗粒系由膏剂改变剂型而成,具有便于携带和贮存,更符合现代人用药习惯的特点。养阴清肺膏收载于 1995 年版《中国药典》,由地黄、玄参、麦冬、川贝母、牡丹皮、白芍、薄荷、甘草等八味中药组成。具有养阴润燥、清肺利咽之功效,用于阴虚肺燥、咽喉干痛、干咳少痰或痰中带血等。膏剂的质量标准只对川贝母和牡丹皮进行定性分析,尚缺乏有效成分的定量分析。为了保证改变剂型后颗粒的质量,本研究对本品中川贝母、牡丹皮、白芍和甘草的有效成份进行定性分析,并对牡丹皮的有效成分丹皮酚进行了定量分析。

一、仪器与试药

UV-240 型紫外分光光度计(上海第三分析仪器厂),电光分析天平(上海天平仪器厂),SB2200 型超声清洗器(上海必能信超声有限公司)。

养阴清肺颗粒(自制),阴性对照颗粒(不含牡丹皮,自制);丹皮酚、芍药甙、甘草酸铵对照品(中国药品生物制品检定所提供);所用试剂均为分析纯。

二、定性分析

(一)白芍的鉴别^[1]

取本品 4g,加硅藻土 5g,研匀,加乙醇 40ml,超声处理 20min,滤过,蒸干,残渣加水 20ml 溶解,用乙醚抽提至乙醚层无色,弃去乙醚层,再用水饱和的正丁醇提取 3 次,每次 20ml,合并正丁醇提取液,水洗 3 次,每次 15ml,弃去水液,蒸干,残渣加乙醇 1ml 溶解,拌入少量中性氧化铝,水浴上拌匀干燥,装入一预先装填好的中性氧化铝小柱(200 目,2g,内径 10~15mm)顶部,用甲醇 40ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加乙醇 0.5ml 使溶解,作为供试品溶液。另取芍药甙对照品,加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 版,一部,附录 VI B)试验,吸取供试品溶液和对照品溶液各 4 μ l,分别点于同一硅胶 G 板上,以

氯仿-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2)为展开剂,展开,取出,晾干。喷以 5% 香草醛硫酸溶液,热风吹至斑点清晰,日光下检视,供试品色谱中与芍药甙对照品相应位置上,显相同的蓝紫色斑点(见图 1)。

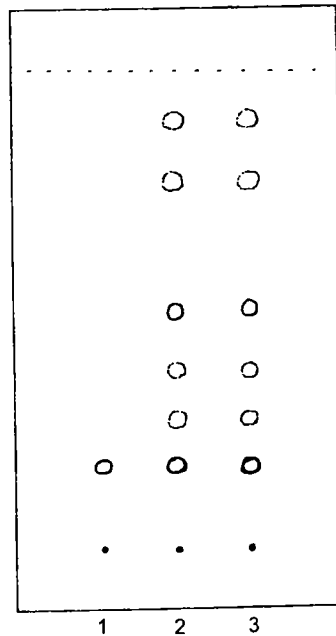


图 1 芍药甙 TLC 图谱

1. 芍药甙对照品 2—3. 样品

(二)甘草的鉴别^[1]

取本品 4g,加硅藻土 5g,研匀,加水 50ml,搅拌约 20min,离心,残渣用水 50ml 洗涤后,再离心,残渣于 60 $^{\circ}$ C 干燥近 2h,置索氏提取器中,加乙醇 70ml,置水浴上回流提取至无色,放冷,滤过,滤液浓缩至近干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取甘草酸铵对照品,加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液各 2 μ l,分别点于同一硅胶 G 加 1% 氢氧化钠溶液板上,以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(30:2:2:4)为展开剂,展开,取出,晾干。喷以 10% 硫酸乙醇溶液,105 $^{\circ}$ C 烘数分钟,至斑点显色清晰,置紫外灯下(365nm)检视,供试品色谱中与甘草酸铵对照品相应位置上,显相同的亮黄色斑点。

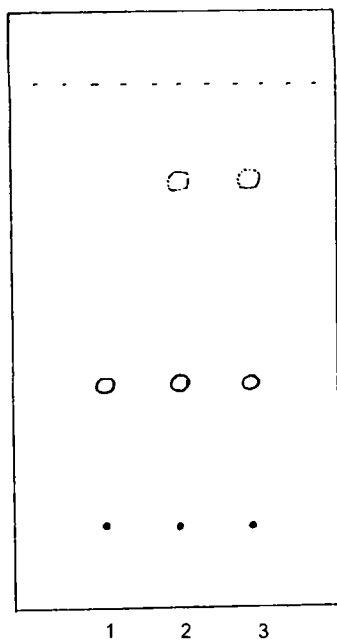


图2 甘草酸铵 TLC 图谱

1. 甘草酸铵对照品 2—3. 样品

(三) 川贝母的鉴别^[2]

取本品4g加水20ml及碳酸钠试液5ml,搅匀,置分液漏斗中,用乙醚分2次振摇萃取,每次10ml,合并乙醚液,再用2%盐酸溶液6ml振摇提取,取盐酸提取液,分置3支试管中。一管加碘化铋钾试液1gtt,生成红棕色沉淀;一管加碘化汞钾试液1gtt,显黄色浑浊;另一管加硅钨酸试液1gtt,显白色浑浊。

(四) 牡丹皮的鉴别^[2]

取本品约2g,置100ml烧杯中,加水10ml,搅匀,烧杯口平铺一张用水湿润的滤纸,滤纸上加少量氯亚胺基-2,6-二氯醌1份与四硼酸钠32份的混合粉末,稍铺匀,上铺一表面皿,小火加热至微沸时停止加热,滤纸即显兰色。

三、含量测定

(一) 紫外吸收光谱的测定

精密称取丹皮酚对照品适量,用石油醚溶解并稀释成每1ml含 $10\mu\text{g}$ 的溶液,以石油醚为空白,在200~400nm波长范围内进行扫

描测定,结果见图3。由图可见丹皮酚在275和315nm处有两个吸收峰。再根据干扰试验结果,选择315nm的吸收峰作定量分析(见图3)。

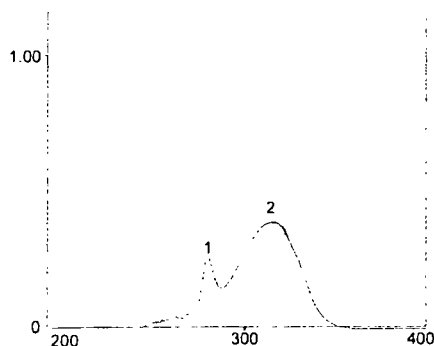


图3 丹皮酚对照品光谱图

峰1 $\lambda = 275\text{nm}$; 峰2 $\lambda = 315\text{nm}$

(二) 干扰试验

取阴性对照颗粒0.4g,加0.01mol/L盐酸溶液5ml,溶解,用20ml石油醚萃取,分取石油醚提取液,以石油醚为空白,在200~400nm范围内进行扫描测定,结果见图4,可见在315nm波长处很少吸收,几无干扰。另外,取 β -环糊精,用石油醚提取后,也在相应的波长范围内进行扫描,在315nm波长处无吸收干扰。

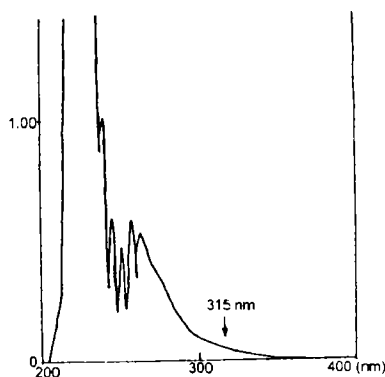


图4 阴性对照颗粒光谱图

(三) 回收率试验

取阴性对照颗粒约0.4g,精密加入适量丹皮酚,按样品测定项下方法,计算回收率。结果见表1。

(下转第192页)

类推。对方剂剂量没有规律的中药,采取现配现称的办法。在每剂中药的大包装上注明煎药方法、服法等。这样,调配处方时按方取药,既节省人力,又保证质量,大大提高工作效率,明显缩短病人的取药时间,真正体现医

院以病人为中心的服务宗旨。

总之,提高中药房工作效率的办法有很多,笔者愿抛砖引玉,与同道商讨中药房管理的良策,使中药房的管理提高到一个新的层次,逐步走上现代化、正规化。

(上接第 164 页)

表 1 丹皮酚含量测定回收率试验结果

组别	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	1032.0	1018.4	98.68		
2	1032.0	1021.3	98.96		
3	1032.0	1011.3	97.99		
4	1032.0	1015.6	98.41	97.62	1.10
5	516.0	500.5	96.99		
6	516.0	498.3	96.57		
7	516.0	495.1	95.94		
8	516.0	502.7	97.42		

(四)样品测定^[3]

取本品约 0.4g,精密称定,加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml,振摇使溶解,用 45ml 石油醚分 3 次萃取,合并石油醚液于 50ml 容量瓶中,加石油醚至刻度,摇匀。另取丹皮酚对照品适量,用石油醚溶解并稀释成 1ml 含 10 μg 和 20 μg 的溶液。以石油醚为空白,照分光光度法(中国药典 1995 年版一部附录 VA),在 315nm 波长处测定吸光度,计算,即得。

对 6 批样品(960505, 960506, 960515, 960710, 960722)的丹皮酚含量测定结果分别为 0.238%、0.259%、0.261%、0.247%、0.271%、0.231%、0.259%、0.261%、0.247%、0.271%、0.231%。暂定本品中丹皮

酚的含量为 0.225~0.275%。

四、讨论

1. 本品为棕黄色颗粒,味微甜,有薄荷样清凉感。其他检查参照中国药典 1995 年版一部附录 IC 颗粒剂项下进行。

2. 白芍和甘草的鉴别系参照《中国药典中药薄层色谱彩色图集》中十全大补丸之白芍和八珍丸之甘草的薄层鉴别。川贝母和牡丹皮的鉴别均参照中国药典养阴清肺膏中的鉴别,前者为川贝母土物碱反应,后者为丹皮酚特征反应。上述鉴别方法可靠,简便实用。

3. 丹皮酚是中药牡丹皮的主要成份之一,具有多种药理作用^[4],由于丹皮酚易挥发性和水溶性较差的特点,故在中成药制剂中,常将测定丹皮酚作为质量控制指标。丹皮酚含量测定方法有较多报道,如气相色谱法、薄层扫描法、高效液相色谱法、双波长差示光谱法、紫外分光光度法、化学发光法、溴量法、库仑滴定法等。本研究采用紫外分光光度法测定本品中丹皮酚的含量,具有操作简便、结果准确的优点,适合于本品的质量控制。

参考文献

- [1]谢培山主编. 中华人民共和国药典中药薄层色谱彩色图谱集. 广州:广东科技出版社,1993:82~3
- [2]中国药典. 1995 年版. 一部,1995:563
- [3]高杰等. 药学实践杂志,1995,13(3):179
- [4]国家医药管理局中草药情报中心站编. 植物药有效成份手册. 北京:人民卫生出版社,1986:79