

表 1 回收率试验结果 (n=5)

编号	加入量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	氯霉素测得量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率 (%)	加入量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	甲硝唑测得量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率 (%)
1	12.928 0	12.943 5	100.12	13.056 0	13.246 5	101.46
2	14.544 0	14.705 3	101.11	14.688 0	14.607 8	99.45
3	16.160	16.153 2	99.96	16.320	16.188 1	99.19
4	17.776 0	17.894 8	100.72	17.952 0	17.884 5	99.62
5	19.392 0	19.440 6	100.25	19.584 0	19.456 9	99.35
ER (%)			100.43	99.82		
RSD (%)			0.47	0.93		

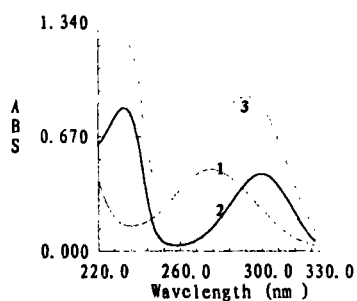


图 1 吸收光谱
1. 氯霉素 2. 水杨酸 3. 混合物

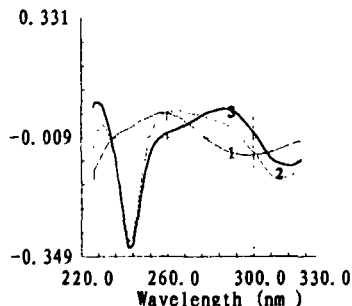


图 2 氯霉素褶合光谱
1. 氯霉素 2. 混合 3. 干扰

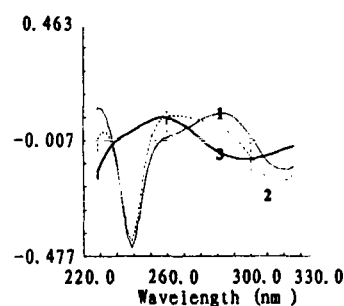


图 3 水杨酸褶合光谱
1. 水杨酸 2. 混合物 3. 干扰

表 2 样品测定结果 (标示量%; n=3)

编号	氯霉素	水杨酸
1	99.96	99.19
2	100.17	98.09
3	98.92	100.05

5 讨论

为了获得最佳的测定结果,可通过人机对话进行吸收曲线波长范围的截取和波长间隔的选择,然后由褶合光谱仪自动完成褶合变换、最佳条件选择及结果计算。本文经试验截取的吸收曲线波长段是

220~330nm,间隔 2nm。

测定液在 2h 内吸收度几乎不变,因此在 2h 内做完实验确保结果可靠。

参考文献:

- [1] 吴玉田,方慧生,王志华,等. UV/Vis-W 褶合光谱研究[J]. 光学仪器,1995,17(2):21.
- [2] 金文祥. 褶合光谱法测定复方萘替芬甲液中主要药物含量[J]. 第二军医大学学报,2000,21(10):943.

收稿日期:2003-02-07

薄层扫描法测定止咳清肺口服液紫菀酮的含量

张旭, 佟志清, 姜铁夫, 汪宇, 李长见 (中国人民解放军第 463 医院药剂科, 辽宁 沈阳 110042)

摘要 目的:制定止咳清肺口服液中紫菀酮的含量测定方法。方法:采用薄层扫描法进行测定。结果:紫菀酮点样量在 0.87~4.95 μg 之间线性关系良好,相关系数 $r=0.9991$ 。回收率为 99.4%, $RSD=1.2\%$ 。结论:本法灵敏、简便、准确,可用于本制剂的测定和质量控制。

关键词 止咳清肺口服液;紫菀酮;薄层扫描法

中图分类号:R927.2

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)03-0167-03

TLC scanning for determination of asterisprogesterone in Zhikeqingfei oral liquid

作者简介:张旭,(1975~),男,药师,理学学士.

ZHANG Xu, TONG Zhi-qing, JIANG Tie-fu, WANG Yu, LI Chang-jian (The 463rd Hospital of PLA, Shenyang 110042, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the content determination of asterisprgesterone in Zhikeqingfei oral liquid. **METHOD:** TLCS was selected to determine the content. **RESULT:** The linearity was obtained within a range of 0.87 ~ 4.95 μg ($r = 0.9991$). The average recovery was 99.4% with $RSD = 1.2\%$. **CONCLUSION:** The method appeared to be sensitive, simple, specific and accurate for the determination of a sterisprogesterone in Zhikeqingfei oral liquid.

KEY WORDS Zhikeqingfei oral liquid; asterisprogesterone; TLC - scanning

止咳清肺口服液是由紫菀、冬花、金银花、川贝母等多味中药组成的复方制剂,具有健肾益肺、消痰止咳之功用,用于支气管炎、肺炎、支气管哮喘等,由我院研制并在临床长期应用,效果优良。为控制其质量,我们对其主药紫菀中的紫菀酮进行含量测定,作为检测和控制该制剂的含量指标,为该制剂质量控制提供了可行的方法。

1 仪器与试剂

CS-9000 薄层扫描仪(日本岛津);硅胶 G(青岛海洋化工厂);定量毛细管(美国, Drummond 公司);PBQ-II 型薄自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);紫菀酮($\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$)对照品(中国药品生物制品检定所);止咳清肺口服液由中国人民解放军第 263 医院制剂室提供;其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备

精密量取本品 20mL,精密加氯仿 50mL,称定重量,超声处理 1h 后,取出,冷却,再称定重量,用氯仿补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取滤液 25mL,挥干,残渣用氯仿溶解并转移至 5mL 量瓶中,加氯仿至刻度,作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备

取紫菀酮对照品适量,精密称定,加氯仿溶解,制成每 1mL 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 空白溶液的制备

按处方组成剂量,依照工艺要求制成缺紫菀的模拟止咳清肺口服液,按供试品溶液制备项下方法操作,制得空白溶液。

2.4 色谱条件

薄层条件:精密吸取对照品溶液 2.4 μL 及供试品溶液 5 μL 点于同一 0.5% 羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板;石油醚(60 ~ 90 $^{\circ}\text{C}$) - 醋酸乙酯(19 : 1)为展开剂;显色剂为 10% 硫酸乙醇溶液;在 112 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰,取出后在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定。扫描条件:双

波长反射法锯齿扫描;经对紫菀酮斑点进行光谱实验表明,扫描波长; $\lambda_{\text{S}} = 390\text{nm}$, $\lambda_{\text{R}} = 650\text{nm}$ 。

2.5 线性关系考察

吸取对照品溶液 0.5、1、2、3、4、5 μL ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,依法操作。扫描测定峰面积,以点样量为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。结果表明紫菀酮在 0.87 ~ 4.95 μg 之间显良好的线性关系。回归方程 $Y = 579.98X - 20.14$, $r = 0.9991$ 。

2.6 精密度试验

2.6.1 同板 精密吸取同一对照品溶液 3 μL ,分别点于同一薄层板上(共 6 个斑点),依法操作,测定峰面积积分值, $RSD = 0.9\%$ ($n = 6$)。

2.6.2 异板 精密吸取对照品溶液 3 μL ,分别点于不同薄层板上,依法操作,测定峰面积积分值, $RSD = 1.2\%$ ($n = 6$)。

2.7 稳定性实验

精密吸取供试品溶液 5 μL ,点于薄层板上,依法操作,每隔 30min 测定一次斑点的峰面积积分值,共测定 6 次,结果表明紫菀酮显色后在 2.5h 内稳定, $RSD = 2.1\%$ ($n = 6$)。

2.8 重复性试验

取同一批供试品(批号:20020828),依法操作,精密吸取对照品溶液 1、3 μL ,供试品溶液 5 μL ,重复测定 6 次,其紫菀酮平均含量为 0.12mg/支, $RSD = 2.0\%$ ($n = 6$)。

2.9 空白试验

取对照品溶液及空白溶液各 5 μL ,分别点于同一薄层板上,依法操作,空白溶液在紫菀酮位置无相应斑点。

2.10 加样回收率试验

采用加样回收法,精密量取已知含量的样品 10mL,加入一定量的紫菀酮对照品,照供试品溶液的制备项下依法操作,点样 5 μL ,另精密量取对照品溶液 1、3 μL ,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

编号	取样量(mL)	样品中含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
1	10	0.16	0.99	1.142	99.3		
2	10	0.16	1.08	1.226	98.9		
3	10	0.16	0.87	1.044	101.4	99.4	1.2
4	10	0.16	0.75	0.893	98.1		
5	10	0.16	0.93	1.084	99.4		

2.11 样品含量的测定

按上述方法对 5 批样品进行含量测定,样品点样 5 μ L,对照品溶液各点样 1.3 μ L,其结果见表 2($n=5$)。

表 2 止咳清肺口服液中紫菀酮测定结果

批号	紫菀酮平均含量(mg/支)	RSD(%)
20020401	0.139	1.9
20020702	0.117	0.9
20020828	0.120	2.0
20020911	0.144	1.6
20021126	0.129	1.6

3 讨论

本实验采用中国药典 2000 年版一部的的方法^[1],结合实际情况考察发现药典所载方法完全适合止咳清肺口服液成品紫菀酮的含量测定,测定结果及回收率均满意。

根据所测得结果及原处方紫菀量,确定本品含紫菀酮每支不少于 0.10mg。

参考文献:

[1] 中国药典 2000 年版. 一部[S],2000:281.

收稿日期:2002-12-28

清热止咳颗粒的定性鉴别

朱宁江, 江爱龙, 李 昆(武警江西省总队医院, 江西南昌 330001)

摘要 目的:探讨中药清热止咳颗粒定性鉴别方法。方法:采用薄层色谱法,将本品颗粒提取制备成供试品溶液,另取对照品按处方比例制备成对照溶液,点样于硅胶 G 薄层板,选择不同的展开剂,展开、取出晾干。结果:供试品色谱中在与对照品色谱相应位置上均显相同颜色斑点。结论:此方法用于该药品的质量定性鉴别可行,为临床提供安全有效,疗效稳定的药物。

关键词 清热止咳颗粒;定性;鉴别

中图分类号:R927

文献标识码:A

文章编号:1006-0111(2003)03-0169-02

清热止咳颗粒系根据我院临床医生的临床经验总结并结合中医药理论,选用麻黄、黄芩、牛蒡子、杏仁、甘草、石膏等组方而成,并经科学加工而成中药颗粒剂,功能为清热、宣肺、平喘,临床用于外感引起的发热恶寒、咳嗽痰黄、气促喘息等症,获较好疗效。为了更好地控制本产品质量,确保临床疗效,我们对本产品进行了质量标准研究,为临床提供安全有效、疗效稳定的药物。

1 仪器及材料

薄层自动铺板器(重庆)、三用紫外线分析仪(上海),SPU-1 自动喷雾显色仪(日本),微量毛细管(美国)。

黄芩苷对照品、盐酸麻黄碱对照品、牛蒡子对照药材、甘草对照药材(中国药品生物制品检定所提供)。清热止咳颗粒三批(批号分别为 990608、

990620、990625,由本院制剂室提供)。

2 方法及结果

2.1 麻黄薄层层析

取本品颗粒 2 包(6g)加水 20mL 使溶解,加浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 混匀,用乙醚振摇提取 2 次,每次 20mL,合并乙醚液,蒸干、残渣加酸性甲醇 1mL(取 HCl 1mL,加甲醇至 20mL)溶解作为供试品溶液;另取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成 $1\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。按处方比例取除麻黄的其它药材,按本品制备工艺及供试品溶液制备方法操作,制备麻黄阴性对照溶液。分别吸取上述溶液各 5mL,点样于同一以 CMC-Na 为粘合剂的硅胶 G 薄层上以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (10:4:2:0.3) 为展开剂,展开、取出、晾干,喷以茚三酮试液,105 $^{\circ}\text{C}$ 烘呈斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照