

表2 不同工艺对复方当归注射液  
中阿魏酸含量的影响

样 品	A	B	C
阿魏酸含量(mg/ml)	0.00145	0.0242	0.00861

注: 所得值均为三批样品的平均值

#### 四、讨论

1. 原工艺制备复方当归注射液, 工艺流程较长(9到10天), 醇沉三次且用活性炭处理, 有效成分损失较多。超滤法是近几年来用于中药注射剂制备的一种新技术<sup>[2]</sup>, 其优点是工艺流程短(仅需2到5天), 有效成分损失较少, 本实验结果表明, 超滤法制得的复方当归注射液, 色泽较深且透明, 薄层层析各对应斑点及其主要有效成分阿魏酸的含量均显著强于或高于原工艺制品。

2. 注射液中钾离子过高, 可引起明显的局部刺激(疼痛反应)和对心脏的毒性(心肌损害), 所以控制  $K^+$  浓度是制备静脉滴注用药的技术关键之一<sup>[4]</sup>, 为此, 在同是超滤法的基础上, 我们对醇沉超滤法、阳树脂超滤法和离心超滤法对复方当归注射中  $K^+$  浓度及前

两种方法对阿魏酸含量的影响进行了比较。结果表明, 只离心超滤不经过其它工艺处理的制品, 其  $K^+$  浓度明显高于质量标准中“钾离子检查”项下通常所规定的  $11\text{mmol/L}$  的限度<sup>[4]</sup>, 因而此工艺不宜采用。醇沉超滤法可明显降低  $K^+$  浓度, 使之符合有关规定。阳树脂超滤法制品, 虽然  $K^+$  含量极低, 但其阿魏酸的含量却低于醇沉超滤法, 且工艺稍繁琐。

以上分析表明, 用醇沉超滤法工艺制备复方当归注射液, 产品质量明显优于原工艺水醇法, 也优于阳树脂超滤法。本实验比较研究结果提示, 超滤法在中草药注射剂制备中具有重要价值, 应结合生产实际加以推广。

#### 参 考 文 献

- [1] 济南部队后勤部卫生部编. 药局操作技术手册. 山东科学技术出版社, 1982. 634
- [2] 颜锋等. 中成药, 1989, 11(9): 8
- [3] 张晓等. 中国药学杂志, 1989(12): 729
- [4] 孟宪行、李焕秋编著. 中药制剂学. 人民卫生出版社, 1986. 212

## 消 银 散 质 量 标 准 的 研 究

沈司门诊部(沈阳 110015) 李淑珍  
沈阳军区总医院(沈阳 110015) 宋洪涛

消银散由徐长卿、苍术、地肤子、蛇床子等中药组成的复方散剂。本品具有清热解毒、祛风化湿、止痛止痒之功效, 临床用于治疗银屑病、荨麻疹等, 疗效确切。其中主要成分徐长卿含有丰富的丹皮酚而具有止痛止痒功能。因此, 我们采用薄层扫描法对消银散丹皮酚进行了鉴别和含量测定, 制定了消银散质量标准。本标准经样品测试与临床考察

情况一致, 可以控制药品质量, 以保证临床上用药质量的均恒性和稳定性。

#### 一、仪器与药品

岛津 CS-920 型高速薄层扫描仪; 1~5  $\mu\text{l}$  微量点样管(Drummond, USA)

高效硅胶 HGF<sub>254</sub> 薄层板 (10×20cm) (青岛海洋化工厂)。

丹皮酚(对照品, 中国药品生物制品检定

所提供)。

消银散(样品,沈司门诊部制)。

其余试剂均为分析纯。

## 二、鉴别

标准溶液的配制,精密称取丹皮酚对照品 5.2mg,用无水乙醇溶解并定容于 10ml 容量瓶中,作为对照品溶液(0.52mg/ml)。

样品溶液的配制:取消银散干燥、过 60 目筛的粉末约 1.0g,精密称定,用氯仿 30ml 加热回流 7h,提取液过滤后浓缩至近干,用无水乙醇转移并定容于 10ml 容量瓶中,备用。

分别吸取上述两种溶液,交替点于同一高效硅胶 HGF-254 板,以环己烷:乙酸乙酯:冰乙酸(10:1:0.1)上行展开,取出凉干,置紫外灯( $\lambda_{365}$ nm)下观察,结果供试品与对照品在相应位置(R<sub>f</sub>值为 0.56)均呈蓝色荧光斑点(结果见图 1)。

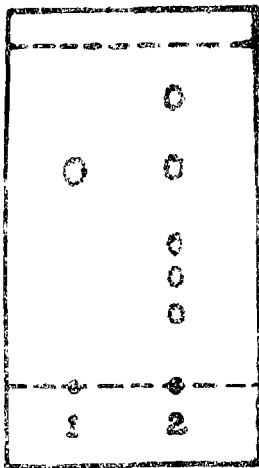


图 1 丹皮酚的 TLC 图

1. 丹皮酚对照品
2. 消银散

## 三、含量测定

1. 供试品及对照品溶液的制备:同鉴别项下。

2. 标准曲线的绘制:用微量毛细管吸取对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0 $\mu$ l 点于同一高效硅胶 HGF<sub>254</sub> 薄层板上,同上法展开后,进

行扫描测定。

扫描条件及仪器参数:测定波长  $\lambda = 274$  nm, SX = 3, Y = 15mm, X = 15mm, 灵敏度 X1, 反射法锯齿扫描。

结果得到一条通过原点的直线,线性范围在 0~1.56 $\mu$ g, 回归方程:  $Y = -914.67 + 5232.69X$ ,  $r = 0.9999$ 。

3. 样品含量测定:将供试品溶液和对照品溶液交替点于同一高效硅胶 HGF<sub>254</sub> 薄层板上,依“标准曲线”项下方法处理,扫描测定,结果见表 1。

表 1 消银散中丹皮酚测得量

样品批号	920413	920721	920622
丹皮酚含量 (mg/g)	4.831 (n=4)	4.694 (n=5)	4.325 (n=5)
CV(%)	1.98	2.53	2.48

4. 稳定性试验:将绘制标准曲线的薄层板,每隔 10min 扫描一次,结果 2h 内丹皮酚斑点面积积分值保持稳定不变。

5. 回收率测定:依添加法,取丹皮酚标准品进行加样回收试验,具体按样品测定步骤进行。测得平均回收率为 102.31%, CV: 2.93%(n=4)。

6. 重现性试验:称取同一批号消银散,依含量测定项下方法测定,重复五次,结果重现性很好(表 2)。

表 2 重现性实验结果

编 号	丹皮酚含量(mg/g)	$\bar{X}$	CV(%)
1	4.694	4.695	3.2
2	4.715		
3	4.648		
4	4.810		
5	4.610		

根据本法测定三批样品,每克散剂含丹皮酚都在 4mg 以上,由于中药材产地、采集季节质量差异较大,加之目前生产水平的限制,暂订丹皮酚的低限为不得少于 3.0mg/g。

#### 四、小结

1. 据报道丹皮酚的提取方法有冷浸法、连续加热回流法和水蒸汽蒸馏法。由于氯仿比重比较大,冷浸法易致药粉粘到容器壁上,而水蒸汽蒸馏法较繁琐,故本实验采用氯仿加热回流法提取。丹皮酚具有挥发性,提取时温度不宜太高。

2. 本方法简便、回收率满意,并经稳定性、重现性试验,结果准确、方法可靠。样品测试与临床疗效相一致,可以控制药品质量的均匀性和稳定性。

3. 丹皮酚是本品中主要有效成分之一,因此可将消银散中丹皮酚进行鉴别、含量测定作为本品质量控制的标准之一。

## 吸收度线性组合分光光度法测定溴咖合剂中 苯甲酸钠咖啡因的含量

无锡市第四人民医院(无锡 214062) 朱虬 顾沧一 钱琬已 向金生

溴咖合剂为医院常用制剂,由溴化钾和安钠咖组成,常用 0.05% 尼泊金乙酯作为抑菌剂。制剂中安钠咖的含量测定方法有碘量法<sup>[1]</sup>、中和法<sup>[2]</sup>。本文根据安钠咖和尼泊金乙酯的紫外吸收光谱特征,采用吸收度线性组合分光光度法测定安钠咖含量。

#### 一、仪器与试药

岛津 UV-260 紫外可见分光光度计,日本岛津公司;53W<sub>B</sub> 紫外可见分光光度计,上海光学仪器厂。

安钠咖,符合 1963 年版中国药典,上海星火制药厂(840115);尼泊金乙酯、药用,南京市医药公司分装(821110);溴化钾、药用;自贡制药厂(870823-1)。

#### 二、测定条件的选择

精密称取安钠咖,尼泊金乙酯和溴化钾适量(均为干燥品),分别用蒸馏水溶解并稀释成含安钠咖为 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,尼泊金乙酯为 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (尼泊金乙酯可先用适量乙醇溶解),溴化钾为 60 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的测定液,在 UV-260 型分光光度计上,以蒸馏水为空白,于 200—320nm 波长范围内进行扫描,得紫外吸收光谱图(见图 1)。

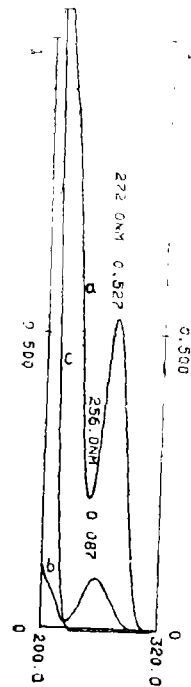


图 1 紫外吸收光谱图

- a. 安钠咖水溶液(20.08 $\mu\text{g}/\text{ml}$ )
- b. 尼泊金乙酯水溶液(0.982 $\mu\text{g}/\text{ml}$ )
- c. 溴化钾水溶液(61.68 $\mu\text{g}/\text{ml}$ )

由图 1 可见,安钠咖在 272nm 波长处有最大吸收,在 248nm 波长处有最小吸收。