

入氯仿一起加热回流,使得有效成分解离出后立即被提取,提高了提取的完全性。

3.3 展开剂选择时曾比较了石油醚(60~90℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液^[2]和苯-醋酸乙酯-冰醋酸(15:5:0.3)^[3,4]两种展开剂,前者对大黄酚有良好的分离效果,而对大黄素则较差,后者展开剂对大黄素的分离效果明显优于前者,故选用了后者作为展开剂。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典(上册) [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1977. 102~108.
- [2] 中国药典 2000 年版. 一部 [S]. 2000: 18~19, 472~473.
- [3] 王仁英. 薄层扫描法测定化浊轻身颗粒中大黄素的含量 [J]. 中成药, 2000, 22(4): 269.
- [4] 刘玉珍, 钱本余, 弥升堂. 脂可清胶囊中有效成分测定 [J]. 中成药, 1991, 13(7): 16.

收稿日期: 2003-08-22

马应龙麝香痔疮膏质量标准的改进

孙德友¹, 李弘毅² (1. 武汉马应龙药业集团公司; 2. 湖北药检高等专科学校, 湖北 武汉 430064)

摘要 目的: 在现有基础上, 改进马应龙麝香痔疮膏的质量标准。方法: 对方剂中的珍珠进行显微鉴别, 对人工牛黄进行薄层鉴别, 对方剂中的冰片进行气相色谱含量测定。结果: 平均回收率 101.7%, RSD 0.92%。结论: 方法简便、快速、灵敏度高、重现性好, 可作为马应龙麝香痔疮膏质量标准项目。

关键词 马应龙麝香痔疮膏; 珍珠; 冰片; 气相色谱法

中图分类号: R92 文献标识码: A 文章编号: 1006-0111(2004)01-0028-03

Improvement on quality standard of musk hemorrhoids ointment

SUN De-you¹, LI Hong-tao² (1. Wuhan Mayinglong Pharmacy Co. Ltd; 2. Hubei Pharmacy and Clinic Laboratory College, Wuhan 430064, China)

ABSTRACT Objective: To improve the quality standard of musk hemorrhoids ointment on the present basis. **Methods:** The microscopical identification of pearl and TLC of artificial bezoar were carried out. The content of borneol was determined by GC. **Result:** The average recovery was 101.7%. RSD was 0.92%. **Conclusion:** The methods are simple, rapid, sensitive and good reproducibility. It is suggested that they be used for quality control of musk hemorrhoids ointment.

KEY WORDS musk hemorrhoids ointment; pearl; borneol; GC

马应龙麝香痔疮膏由武汉马应龙药业集团有限公司生产, 原质量标准收载于原部颁标准中药成方制剂第十六册^[1], 为了保证药品疗效, 更加科学有效地控制产品质量, 我们对质量标准进行了研究改进。改进后的标准增加了珍珠和人工牛黄的鉴别项以及冰片的含量测定。

1 仪器和试剂

3420 型气相色谱仪(北京分析仪器厂)采用氢火焰离子检测器, 超声波发生器(上海超声波仪器分析厂)。冰片、胆酸、猪去氧胆酸对照品均为中国生物制品检定所提供, 萘、环己烷、氯仿、95%乙醇等溶剂均为分析纯。

2 质量控制

2.1 珍珠的显微特征 珍珠是生药粉末, 由于基质的影响, 取样品直接装片难以观察, 故加氯仿搅拌, 使基质溶解, 静置, 取沉淀部分装片观察, 珍珠的显微特征清晰可见。经与药材粉末比较, 以氯仿长时间(24h)处理, 结果对粉末特征无改变。

2.2 人工牛黄薄层层析^[3] 参照原卫生部批准的“龙珠软膏试行标准”中人工牛黄鉴别项制定。

2.2.1 对照溶液的制备 取胆酸和猪去氧胆酸对照品, 加 95%乙醇制成每 1mL 中各含 0.5mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

2.2.2 供试液的制备 取样品约 19g, 加乙醇 20mL, 置水浴上加热至本品呈熔融状, 搅拌约 5min, 在冰浴上冷却片刻, 取出, 滤过, 取滤液置水浴

上蒸干,残渣加乙醇 1mL 使溶解,作为供试液。

2.2.3 阴性对照溶液的制备 取无人工牛黄的阴性对照样品约 10g,照供试液的制备方法,制备阴性对照溶液。

2.2.4 层析条件及显色 选用硅胶 G 薄层板,以乙酸乙酯-正己烷-醋酸-甲醇(32:6:1:1)为展开剂,展开后,晾干,以 10% 磷钼酸乙醇溶液喷雾显色,在日光下观察,显蓝色斑点,结果见图 1。

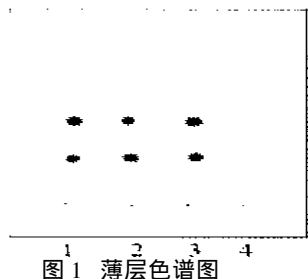


图 1 薄层色谱图
1- 对照品(胆酸、猪去氧胆酸); 2- 样品(马应龙麝香痔疮膏);
3- 人工牛黄; 4- 空白样品(不含人工牛黄)

3 含量测定

3.1 色谱条件^[2,4] 固定液为 10% 的 PEG-20M, 101 白色担体, 柱为 2m × 3mm 不锈钢柱, 柱温 115℃, 载气(N₂) 流速为 30mL/min, 氢气流速为 30mL/min, 空气流速为 300mL/min, 量程 10, 衰减 2, 纸速 2mm/min。在此条件下, 冰片的两种成分龙脑和异龙脑以及内标物萘可得到分离(见图 2), 这三个峰的前后两对峰的分度分别为 1.72 和 1.50, 以萘峰计算理论塔板数为 3 100。

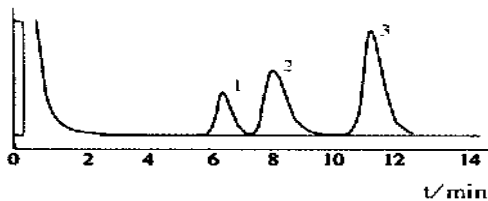


图 2 冰片的气相色谱图
1- 龙脑; 2- 异龙脑; 3- 萘(内标)

3.2 线性试验

3.2.1 标准液的配制 取冰片对照品 0.25g, 置 25mL 量瓶中, 用环己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3.2.2 内标液的配制 取萘 0.5g, 置 25mL 量瓶中, 用环己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

3.2.3 线性试验 分别精密量取标准液 2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 mL 置 10mL 量瓶中, 各精密加入内标液 2.0mL, 用环己烷稀释至刻度, 摇匀, 分别取 1μL 注入气相色谱仪进行测定。以冰片的峰面积与内标峰面积之比(Y) 与相应的浓度作线性回归, 回归方程为 $Y = 0.7816X - 0.0192$ ($n = 5, r = 0.9997$)。

3.3 稳定性试验 取批号为 021047 的马应龙麝

香痔疮膏约 1g, 精密称定, 置 50mL 烧杯中, 精密加入内标溶液 2mL, 加环己烷 8mL, 超声处理约 5min, 离心, 过滤, 弃去初滤液, 取续滤液 1.0μL 注入气相色谱仪, 同一续滤液在不同时间测定含量, 结果见表 1。

表 1 稳定性试验结果

时间点(h)	含量(%)	平均含量(%)	RSD(%)
0	4.33		
0.25	4.25		
0.5	4.24	4.29	0.90
2	4.29		
4	4.33		
7	4.30		

3.4 重复性试验 取批号为 021047 的马应龙麝香痔疮膏, 按 3.3 项下方法处理, 重复 6 次取样测定含量, 结果见表 2。

表 2 重复性试验结果

序号	含量(%)	平均含量(%)	RSD(%)
1	4.27		
2	4.19		
3	4.25	4.22	0.79
4	4.22		
5	4.19		
6	4.20		

3.5 回收试验 取含冰片 42.2mg/g 的样品 1g, 精密称定, 再精密加入适量的冰片对照品, 按 3.3 项下方法处理, 结果见表 3。

表 3 冰片回收率结果

加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
40.3	41.0	101.7		
39.2	40.2	102.6		
58.0	59.5	102.6	101.7	0.92
58.7	58.8	100.2		
72.8	74.2	101.9		
77.0	77.8	101.0		

3.6 含量测定 取批号为 021047、021048、021102 的三批样品, 按 3.3 项下方法处理, 分别测定马应龙麝香痔疮膏中冰片的含量, 结果为 4.22%、4.46%、4.38%。

4 讨论

马应龙麝香痔疮膏处方中冰片的比例为 4.5%, 由于在制作及贮藏过程中冰片易升华导致含量损失, 因此将含量下限定位于投料量的 75%, 即

绝对含量不低于 3.4%。

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂(第十六册, 保护分册一)[S]. 1998: 14~ 15.

[2] 中国药典 2000 年版. 二部[S]. 附录, 2000: 34~ 35.

[3] 任日君. 中成药成分分析[M]. 青岛: 青岛出版社, 1988: 225.

[4] 马广慈. 药物分析方法与应用[M]. 北京: 科学出版社, 2000: 598~ 664, 901~ 902.

收稿日期: 2003- 08- 21

测定替硝唑注射液中氯化钠含量的初探

邵寅, 廖秋霞, 严丽华 (荆门市第一人民医院药剂科, 湖北 荆门 448000)

关键词 药典; 氯化钠; 替硝唑注射液

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 1006- 0111(2004)01- 0030- 01

中国药典 2000 年版(二部)中规定替硝唑注射液要求用氯化钠调节等渗^[1], 但在其含量测定的内容中却没有标明氯化钠的测定方法, 给药品检验工作带来不便。我们参照“氯化钠注射液”中氯化钠含量测定的方法^[2]确定了实验室内部标准, 对替硝唑注射液中氯化钠含量进行检测, 取得了较为准确的结果。其检测方法如下:

1 药品与试剂

氯化钠(基准)(天津市化学试剂研究所, 批号为 20010206), 替硝唑(江苏省盐城第六制药厂, 批号为 20020109), 硝酸银、糊精等其他试剂皆为分析纯。

2 方法

2.1 替硝唑注射液中氯化钠的含量测定 依法^[1]
精密量取本品 10mL, 加水 40mL、2% 糊精溶液 5mL 与荧光黄指示液 5~ 8 滴, 用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1mL 硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的 NaCl。

2.2 回收率试验 分别精密称定干燥至恒重的基准氯化钠 2.25g 与减压干燥至恒重的替硝唑样品 0.5g 共 5 份, 分别加入 250mL 容量瓶中, 加水溶解至刻度。依法测定, 氯化钠的平均回收率为 100.02%, $RSD=0.25\%$, $n=5$ 。结果见表 1。

3 样品测定

精密量取样品 10mL, 加水 40mL、2% 糊精溶液 5mL 与荧光黄指示液 5~ 8 滴, 用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每 1mL 硝酸银滴定液(0.1mol/L)

L) 相当于 5.844mg 的 NaCl。所制备的成品为每 250mL 替硝唑注射液中含氯化钠 2.25g, 共测定 5 批样品, 结果见表 2。

表 1 氯化钠回收率试验结果

加入量(g)	测得量(g)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
2.239 1	2.2455	100.29		
2.235 6	2.235 3	99.99		
2.247 7	2.239 7	99.64	100.02	0.25
2.252 2	2.257 2	100.22		
2.250 5	2.249 9	99.97		

表 2 样品的测定结果

批号	标示量(%)
20020522	99.91
20020424	99.25
20020423	100.91
20020422	98.94
20020421	97.60

4 讨论

结果表明, 替硝唑注射液中替硝唑基本上不干扰氯化钠的含量测定, 且本法回收率 100.02%, $RSD=0.25\%$, 方法精确, 适合于测定替硝唑注射液中的氯化钠含量。

药典为国家的药品基本法典, 在药品生产中有着极为重要的地位, 其含量测定项目应完整地反映药品质量的检测标准, 这样才能保障药品的安全性和有效性。

参考文献:

[1] 中国药典. 2000 年版. 二部[S]. 2000: 809, 908.

收稿日期: 2003- 06- 30