

表 2 巴比妥的回收率结果

No	吸光度减技术测定			缓冲液作参比测定		
	加入量 ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)	回收率(%)		加入量 ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)	回收率(%)	
		RBF 法	BP 法		RBF 法	BP 法
1	4.400	100.3	101.0	1.792	102.7	95.6
2	5.216	99.8	99.9	1.571	99.8	103.6
3	4.272	100.9	98.3	1.949	102.4	102.5
4	4.872	99.1	100.7	1.792	98.6	103.1
5	4.480	99.4	99.1	1.907	98.6	102.6
6	4.768	100.6	98.9	1.939	98.0	103.6
\bar{x}		100.0	99.6		100.0	101.8
RSD		0.70	1.07		2.05	3.03

RBF 法: 径向基函数网络法

3.6 样品测定

3 批不同的样品, 按网络预报方法测定, 计算各组分相当于标示量的百分含量。另以黑龙江药品标准(1989) 分别测定各批样品。结果见表 3。将测定的结果成对比较进行 t 检验, 两法间在测定准确度上无显著差异($\alpha=0.05$)。

表 3 安痛定注射液样品测定结果($n=3$)

No	氨基比林(%)		安替比林(%)		巴比妥(%)	
	紫外法	标准法	紫外法	标准法	紫外法	标准法
	1	93.1	92.4	97.1	97.8	92.3
2	97.6	98.6	102.7	102.5	96.7	96.2
3	97.1	97.4	102.3	101.5	96.4	96.9

参考文献:

- [1] 孙少颖, 陈 玮, 潘忠孝, 等. 应用改良 BP 网络于多组分药物定量分析[J]. 分析实验室, 1996, 15(5): 39.
- [2] 严拯宇, 姜新民, 康继宏, 等. 人工神经网络在复方替硝唑分光光度法测定中的应用[J]. 中国药科大学学报, 1998, 29(2): 128.
- [3] 于德荣, 刘世庆, 王 煜, 等. 人工神经网络分光光度法用于增效联磺片三组分的同时测定[J]. 沈阳药科大学学报, 1999, 16(2): 110.
- [4] 楼顺天, 施 阳. 基于 MATLAB 的系统分析与设计[M]. 西安: 西安电子科技大学出版社, 1998 14~ 96
- [5] 宋果男, 柯金枝. 吸光度减法技术在混合物分析中的应用[J]. 分析化学, 1983, 11(6): 466.

收稿日期: 2000- 11- 14

气管炎丸质量标准研究

高 锦, 王 锦, 刘 一群, 毕森林(沈阳军区联勤部药品检验所, 沈阳 110026)

摘要: 目的: 建立气管炎丸的质量控制标准。方法: 对气管炎丸中的主要有效成分川贝母用酸性染料比色法进行了含量测定, 并对重要组成药物当归、淫羊藿进行了薄层鉴别。结果: 定性及定量方法简单, 快速、准确。总生物碱加样回收率平均值为 100.1%, $RSD=1.81\%$ ($n=5$)。结论: 该方法可作为气管炎丸的质量控制标准。

关键词: 气管炎丸 川贝母; 酸性染料比色法; 薄层鉴别

中图分类号: R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1006- 0111(2001) 02- 0101- 03

气管炎丸是由川贝母、地龙、淫羊藿、鱼腥草、陈皮、苦杏仁等十多味中药组成, 临床主治气管炎、过敏性哮喘、支气管扩张等症, 而且有较好的抗菌消炎、润肺化痰、止咳平喘作用。临床应用多年, 疗效确切。目前尚无质量控制方法。本文采用酸性染料比色法测定其中的川贝母总生物碱的含量, 该法灵敏、快速、精确。并对处方中重要组成药材当归、淫羊藿进行了薄层鉴别, 结果满意。

1 仪器与试剂

UV- 260 紫外分光光度计(日本岛津公司), AS

- 200 型分析天平(美国)。

气管炎丸(81301 部队提供, 批号: 990907、991019、990308);

川贝母碱对照品、当归对照药材、阿魏酸对照品、淫羊藿苷对照品(中国药品生物制品检定所提供)。试剂均为分析纯。

pH5 缓冲溶液: 0.2mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液用 0.2mol/L 氢氧化钠溶液调至 pH5。

0.001mol/L 溴麝香草酚蓝溶液: 称取溴麝香草酚蓝 0.3g, 于 500ml 容量瓶中, 加 1mol/L NaOH 溶液

5ml 溶解, 加蒸馏水至刻度。

2 定性鉴别

2.1 生物碱的鉴别

称取气管炎丸 1 丸, 剪碎, 置圆底烧瓶内, 加氨水(1:1) 5ml 湿润 30min 后, 置烘箱内(70~80℃) 烘干, 然后用氯仿回流提取 4 次, 滤液回收, 溶媒于水浴上蒸干, 再用氯仿-乙醚-95%乙醇(8:25:2.5) 混合溶剂^[2] 30ml 溶解, 后过滤, 滤渣用上述混合溶剂 10ml 分次洗涤(5, 3, 2), 合并滤液。置水浴上蒸干, 残渣加 1% 盐酸溶液 2ml 使溶解, 滤过, 滤液分置二支试管中, 一管加碘化铋钾试液 1~2gtt, 生成红棕色沉淀; 另一管加碘化汞钾试液 1~2gtt, 生成白色浑浊。

2.2 黄酮的鉴别

取样品 2 丸, 切碎, 加甲醇 10ml, 浸渍 2h, 滤过, 取滤液 1ml, 加盐酸 3~4gtt, 与镁粉少许, 置沸水浴上加热约 3min, 显红棕色。

2.2 当归的鉴别

2.3.1 供试品液的制备 取样品 3 丸, 切碎, 加硅藻土 5~8g, 研匀, 烘干, 加正己烷 20ml, 超声处理 15min, 滤过, 滤液浓缩至约 1ml, 作为供试品液。

2.3.2 空白对照液的制备 按处方比例制成缺当归的蜜丸, 同供试品液的制备方法制成空白对照液。

2.3.3 对照药材液的制备 取当归对照药材 1g, 加正己烷 20ml, 同供试品液的制备方法制成对照药材液。

2.3.4 对照品液的制备 取阿魏酸对照品, 加正己烷制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3.5 薄层层析 吸取上述 4 种溶液各 2μl, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正己烷-醋酸乙酯(9:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同的亮蓝白色荧光斑点; 空白对照液无此斑点, 见图 1。

2.4 淫羊藿的鉴别

2.4.1 供试品液的制备 取样品 2 丸, 切碎, 加无水乙醇 20ml 研磨, 过滤, 取滤液, 置水浴上蒸干, 残渣加 20ml 氯仿溶解, 过滤, 取滤渣, 加醋酸乙酯溶解, 过滤, 取滤液, 置水浴上蒸干, 残渣加乙醇 1ml 溶解, 作为供试品溶液。

2.4.2 空白对照液的制备 按处方比例制成缺淫羊藿的蜜丸, 同供试品液的制备方法制成空白对照液。

2.4.3 对照品液的制备 取淫羊藿苷对照品, 加乙

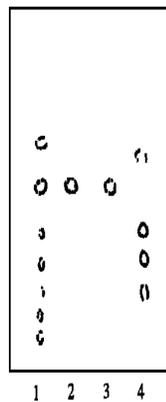


图 1 气管炎丸中当归 TLC 图谱

1. 供试品 2 当归对照药材
3. 阿魏酸对照品 4. 空白对照

醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.4.4 薄层层析 吸取供试品溶液 10μl 和对照品溶液 5μl, 分别点于同一硅胶 H 薄层板(0.5%-CMC-Na) 上以乙酸乙酯:丁酮:甲酸:水(10:1:1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷三氯化铝试液后置 105℃ 干燥箱中干燥 5~8min, 置紫外灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 空白对照液无此斑点, 见图 2。

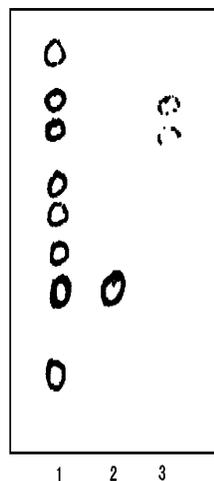


图 2 气管炎丸中淫羊藿 TLC 图谱

1. 供试品 2 淫羊藿苷对照品 3. 空白对照

3 含量测定

3.1 生物碱有色离子对的形成

据文献报道^[1], 贝母碱在 pH5 缓冲溶液条件下, 与染料溴麝香草酚蓝形成黄色离子对, 能定量地被氯仿提取。

3.2 最大吸收波长的选择

精密吸取川贝母碱标准溶液 3ml, 按标准曲线项下操作, 离子对的氯仿溶液在 UV-260 型紫外分

光度计上于 200~ 500nm 波长范围进行扫描, 结果表明, 最大吸收波长为 414nm, 故选作测定波长。

3.3 标准曲线的绘制

精密称取川贝母碱标准品约 2mg, 于 100ml 容量瓶中, 用氯仿溶解并加至刻度, 精密吸取该标准溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml, 分别置 60ml 分液漏斗中, 加氯仿至 8ml, pH5 缓冲溶液 2ml, 0.001mol/L 溴麝香草酚蓝溶液 2ml, 剧烈振摇, 静置 30min, 氯仿层通过干滤纸过滤于 10ml 容量瓶中, 水层再用氯仿洗涤, 合并氯仿液, 定容至刻度, 用溶剂同法操作随行空白对照, 在 414nm 处测定吸收度。川贝母碱量在 2.63~10.52μg/ml 范围内符合比尔定律, 用最小二乘法求得回归方程为 $y = 0.0486x - 0.0003$, $r = 0.9997$ 。

3.4 干扰试验

按气管炎丸的处方及工艺, 配制不含川贝母的“气管炎丸空白对照品”按照“样品测定”项下方法在 414nm 处进行测定, 结果无吸收, 表明该法不受样品中其它成分的干扰。

3.5 离子对稳定。

3.6 样品测定

精密称取气管炎丸 1 丸, 剪碎, 置圆底烧瓶内, 加氨水 (1:1) 5ml 湿润 30min 后, 置烘箱内 (70~80℃) 烘干, 然后用氯仿回流提取 4 次, 滤液回收, 溶

媒于水浴上蒸干, 再用氯仿- 乙醚- 95% 乙醇 (8:25:2.5) 混合溶剂^[1] 30ml 溶解, 后过滤, 滤渣用上述混合溶剂 10ml 分次洗涤 (5, 3, 2), 合并滤液。置水浴上蒸干, 用适量氯仿溶解并转移至 100ml 容量瓶中, 加氯仿至刻度。精密量取 2ml (若含量过高或过低, 可酌情加减), 按标准曲线项下操作, 测定吸收度, 按下式计算样品中总生物碱含量 (以川贝母碱计)。

$$\text{总生物碱含量}(\%) = \frac{(y + 0.0003) \times n}{w \times 10^6 \times 0.0486} \times 100\%$$

式中 y 为吸收度; n 为稀释倍数; w 为称样量 (g)

数据经计算处理, 结果见表 1。

表 1 样品中川贝母碱含量测定结果 ($n = 3$)

批号	川贝母碱含量 (g/g, %)	RSD (%)
990907	0.2666	3.20
991019	0.2513	1.34
990308	0.2815	2.02

3.7 回收率的测定

采用加样回收率法。精密称取已知含量的样品, 精密加入不同量的贝母碱对照品, 按样品测定的方法进行测定, 数据经计算处理, 结果见表 2。平均回收率为 100.1%, $RSD = 1.81\%$ ($n = 5$)。

表 2 加样回收率测定结果

样品编号	样品中川贝母碱量 (mg)	加入川贝母碱量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.2666	0.2511	0.5119	97.69		
2	0.2513	0.2511	0.4999	99.0		
3	0.2730	0.2511	0.5246	100.2	100.1	1.81
4	0.2671	0.2511	0.5217	101.4		
5	0.2815	0.2511	0.5382	102.2		

4 小结与讨论

4.1 在实验中, 我们发现在川贝母碱与酸性染料溴麝香草酚蓝形成黄色离子对时, 应剧烈振摇, 以使之反应完全, 然后应充分静置, 以防止染料的颜色混入氯仿层, 影响测定结果。

4.2 实验结果表明, 用 TLC 法鉴别气管炎丸中的当归、淫羊藿, 专属性强; 用酸性染料比色法测定贝母碱的含量, 结果准确, 可以作为该制剂的质量检控指

标。

致谢: 本文在实验过程中得到中国人民解放军 81043 部队卫生处的大力协助, 在此表示感谢!

参考文献:

[1] 李云谷. 清音丸质量标准的研究[J]. 中成药研究, 1983, (6): 13.
 [2] 张秀琴, 沙世炎. 贝母中总生物碱的含量测定[J]. 中草药通讯, 1976, (2): 13. 收稿日期: 2000-09-06

(上接第 77 页)

参考文献:

[1] 王玉魁, 张兰荣, 夏荣. 含漱不同浓度的氟化水对于预防龋病的研究[J]. 吉林医学, 1997, 18(4): 215.
 [2] 徐红, 陈爱香, 孙小霞. 洁口液的制备和疗效观察[J]. 中国医院药学杂志, 1995, 15(12): 584.
 [3] 邹爱萍, 陈必胜, 李淑琴, 等. 洗必泰碘含漱液的临床应用研究

[J]. 临床口腔医学杂志, 1996, 12(1): 31.
 [4] 湛建国, 程泽能, 张郁葱. 复方替硝唑含漱剂的研制[J]. 中国药学杂志, 1997, 32(2): 94
 [5] 彭军. 伏拉吉司口服含漱剂的制备和临床应用[J]. 中国医院药学杂志, 1994, 14(7): 324.
 [6] 王亚楠. 口香爽漱口液临床应用[J]. 河南中医, 1996, 16(2): 46. 收稿日期: 2000-11-14