

三、标准曲线的制备

精密称取盐酸麻黄素粉约 50 mg, 置 100 ml 容量瓶中, 分别稀释成 5~75 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的不同浓度, 在波长 225~210 nm, 扫描速度 300 nm/min, 狭缝 2 nm, $\Delta\lambda$ 4 nm, 以蒸馏水为空白, 绘制二阶导数光谱, 在 218.5 和 215.5 nm 附近测定最大振幅值 (H)。经线性回归 ($n=5$) 得: $C=590.391 H-0.607$ ($\mu\text{g}/\text{ml}$), $r=0.9999$, 实验证明, 在浓度 5~50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内, 振幅值(H)与浓度(C)的线性关系良好, 符合 Beer 定律。

四、回收率试验

按处方精密称取盐酸麻黄素, 配制模拟氯麻滴鼻剂。精密量取 1 ml, 置 250 ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。按标准曲线制备的测定条件, 绘制二阶导数光谱, 测定最大振幅值, 由回归方程得出浓度, 计算回收率。5 份测得平均回收率为 100.46% \pm 0.31% (SD)。

五、样品的测定

精密量取 1 ml 氯麻滴鼻剂置 250 ml 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。按标准曲线制备的测定条件, 绘制二阶导数光谱, 测

定最大振幅值, 由回归方程得出浓度, 计算氯麻滴鼻剂中盐酸麻黄素的百分标示量。同时以容量法^[2]测定, 结果见表 1, 两种方法测定结果无显著差异 ($P>0.05$)。

表 1 样品测定结果 ($n=3$)

| 批号 | 二阶导数光谱法 | | 容量法 | |
|-----|---------|------|--------|------|
| | 含量 (%) | CV% | 含量 (%) | CV% |
| I | 101.93 | 0.24 | 101.76 | 1.20 |
| II | 103.57 | 0.82 | 102.85 | 1.32 |
| III | 99.68 | 0.57 | 99.55 | 1.53 |

六、讨论

1. 本二阶导数光谱, 用峰一谷、基线一谷和峰一基线法均可定量, 但从回收率试验结果看, 还是采用峰一谷法最理想。

2. 本实验证明: 采用二阶导数光谱法测定盐酸麻黄素, 可排除氯霉素的干扰, 方法简便、易行、准确。

参考文献

- [1] 北京市卫生局编. 制剂手册第一版, 北京: 人民卫生出版社, 1983: 327
- [2] 施永初等. 现代应用药学. 1987; 4(5): 26
- [3] 成都军区后勤部编. 制剂规范. 1985: 256

复方葛根片的质量控制方法探讨

济南军区总医院药剂科 张卫星 马德林 张岩 高燕

复方葛根片(冠舒片)收载于 85 版中国人民解放军药品制剂规范^[1], 本品是由葛根、茵陈、丹参、元胡 4 味经提取制成的复方制剂, 用于治疗冠心病, 心绞痛、心肌梗塞, 临床应用近 20 年来, 疗效确切, 效果较好。本品目前尚无质量控制标准, 为控制该制剂质量和确保临床疗效, 对其总黄酮及元胡全碱含量测定方法进行了探讨, 所拟方法准确, 简便易行, 可作为冠舒片的质量控制方法。

一、复方葛根片总黄酮测定

1. 标准曲线绘制: 精密称定 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的芦丁标准品 67.7 mg, 加甲醇溶解于 50 mL 容量瓶中并至刻度, 精密吸取 10 ml 于 50 ml 容量瓶中, 加水至刻度, 分别吸取 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 ml 于 25 ml 容量瓶中, 各加 5% NaNO_2 溶液 1 ml, 摇匀、放置 6 min; 加 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 1 ml, 摇匀, 放置 6 min; 加 4%

NaOH 溶液 10 ml, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 放置 15 min。以第一管为空白, 用 53W 分光光度计, 在 500 nm 处测定吸收度, 以吸收度 A 对浓度 C 进行线性回归处理, 结果在 5.416~64.992 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 内成线性。线性回归方程为 $C = 105.95 A + 0.23$, $r = 0.9999$ ($P < 0.001$)。

2. 样品液制备: 取本品 10 片, 剥去糖衣层后精密称定, 研细, 精密称出适量 (约 0.5 g), 置 50 ml 量瓶中, 加蒸馏水 2.5 ml, 摇匀, 浸泡 10 min 后加无水乙醇至刻度, 振荡使混匀, 放置 24 h 后备测。

3. 样品测定: 取样品上清液 1 ml 两份, 分别置 25 ml 容量瓶中。一份用蒸馏水稀释至刻度作对照液; 另一份按标准曲线项下的操作, 测定吸收度。样品液加显色剂后的吸收度与对照液吸收度的差值, 代入标准曲线线性方程式计算样品总黄酮的含量。结果以每片中所含总黄酮 mg 数表示。5 批冠舒片经上法测定, 总黄酮含量分别为: 24.34、23.98、39.00、41.56、45.88 mg/片。

4. 加样回收率: 精密吸取样品液 1 ml, 分别加入芦丁标准液 0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 ml, 按样品测定项下的操作, 测定吸收度, 计算样品含量及样品加标准品测得量, 并以此求出回收率为 $98.21 \pm 0.75\%$ ($n = 5$)。

二、复方葛根片中元胡全碱的测定

1. 工作曲线绘制: 准确称取元胡全碱对照品一定量, 加乙醇溶解, 得浓度为 71.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的操作液。精密量取操作液 0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 ml, 分别加乙醇至 0.6 ml 后, 依次加入 0.7 mg/ml 的溴百里香酚兰 (BTB) 液 2 ml, pH 4.5 缓冲液 10 mL, 氯仿 5.00 ml, 振摇后放置 1 h, 分取氯仿液, 以 0.0 管为空白, 于 424 nm 波长处测定吸收度 A, 以 5 ml 氯仿中所含元胡全碱的 μg 数对 A 进行线性回归处理。回归方程: $C = 129.095 A + 0.003$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

在 7.14~42.84 μg 范围内与吸收度呈良好的线性关系。 $P < 0.001$ 。

2. 样品测定: 取总黄酮样品液制备项下之样品液 0.4 ml, 按工作曲线绘制项下自“依次加入 BTB……”起依法操作, 测定吸收度并代入回归方程, 计算元胡全碱的含量。结果以每片中所含元胡全碱表示。5 批复方葛根片经上法测定, 元胡全碱的含量分别为: 1.94、1.96、2.00、1.75、1.88 mg/片。

酸性染料萃取比色法测定元胡全碱的含量为参照文献方法所拟定^[2], 本文对所拟测定条件进行了实验, 结果表明方法可靠, 回收率也较好。

(1) 缓冲液 pH 值及用量: 取不同 pH 值的缓冲液, 加操作液 0.4 ml, 按测定方法操作, 结果证明: 用醋酸-醋酸钠缓冲液 (pH 4.5) 10 ml 较好。

(2) 酸性染料的用量及呈色稳定性: 实验结果表明, BTB 液用 2 ml 较好。酸性染料与元胡生物碱形成的黄色络合物, 在氯仿提取液中至少 1.5 h 内稳定。

3. 加样回收率: 取样品液 0.2 ml, 分别加入元胡全碱操作液 0.0、0.2、0.3、0.4、0.5 ml, 每管以同体积乙醇作空白管, 按工作曲线绘制项下自“依次加入 BTB……”依法操作, 测定吸收度, 代入工作曲线回归方程, 求得样品元胡全碱含量及样品加操作液测得量, 计算出回收率为 $100.33 \pm 1.39\%$ ($n = 4$)。

三、讨论

1. 以可见光比色法^[3], 酸性染料萃取比色法测定复方葛根片中总黄酮及元胡全碱含量, 方法确实简单易行, 结果准确, 适用于本品的质量控制。

2. 提取溶剂的选择直接影响提取的测定成分。复方葛根片生产中采用水提醇沉法及直接醇提法提取各组分^[1,4], 故本实验中选择乙醇做提出溶剂, 经室温 ($25^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$) 放置七天, 测定上清液中总黄酮及元胡全碱含

量,几无变化,说明一次提取较完全。

3. 复方葛根片按处方用量^[4], 每片含元胡应相当于元胡生药 0.375 g。元胡含总生物碱约 0.6%, 如按文献方法提取收得率约为 0.4~0.5%^[1], 由于提取工艺有所不同, 故每片含元胡全碱应在 1.50~2.25 mg 范围内。五批样品测定结果差异性较小, 且在理论含量范围内, 因此可作为质控指标。

4. 总黄酮成分主要来源于葛根, 五批复方葛根片总黄酮含量测定结果差异性较大, 经查原因; 主要是加工厂家使用的葛根品种不同所致。中国药典八五版收载的葛根为豆科植物野葛 *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi 或甘葛藤 *Pueraria thomsonii* Benth 的干燥根。野葛根含总黄酮为 6~12%, 甘葛藤 1~4%^[6]。复方葛根片按处方组成, 每片应含葛根相当于原生药 0.75 g, 如用甘葛藤投料, 其

总黄酮应为 7.5~30 mg/片, 以野葛为原料, 则黄酮含量为 45~90 mg/片。本实验也发现以野葛为原料制得的复方葛根片, 其总黄酮含量较以甘葛藤为原料的制品高。鉴于上述原因, 须经反复实验并结合其它实验结果, 才能确定本品总黄酮含量的质量控制指标。

参 考 文 献

- [1] 中国人民解放军总后勤部卫生部编. 中国人民解放军药品制剂规范. 人民军医出版社, 1985: 154.
- [2] 柴丰收等. 中成药研究. 1987; (10): 14.
- [3] 沙世炎. 中草药有效成分分析法, 上册, 人民卫生出版社, 1985: 232.
- [4] 解放军总后勤部卫生部. 中草药制剂汇编. 1981: 219.
- [5] 解放军总后勤部卫生部. 中草药制剂汇编. 1981: 246.

差示分光光度法测定洗麻滴鼻液中醋酸洗必泰的含量

解放军第 107 医院 贺承山 梁玉玲 牟清华

洗麻滴鼻液为临床常用的滴鼻剂, 其含量测定仅有旋光法^[1]测定盐酸麻黄素的含量, 醋酸洗必泰的含量测定方法未见报道, 因醋酸洗必泰和盐酸麻黄素的吸收光谱严重重叠, 常规的分光光度法无法测定。本文利用其水溶液和酸性溶液的吸收度之差, 设计了差示分光光度法测定醋酸洗必泰的含量, 结果比较满意。

仪器与药品

UV—240 分光光度计 (日本岛津), WFZ 800—D₂ 分光光度计 (北京第二光学仪器厂)

醋酸洗必泰、盐酸麻黄素均符合中国药典 1985 年版规定

盐酸 (AR)

实验方法与结果

1. 差示光谱的绘制和测定波长的选择
按处方比例分别配制 0.5 mg/ml 的醋酸洗必泰和 10 mg/ml 的盐酸麻黄素水溶液, 精密量取上述溶液 2.0 ml 各两份, 分别置 50 ml 量瓶中, 加 0.1 mol/L 的盐酸液或水稀释至刻度, 摇匀, 以各自的酸性溶液为空白, 水溶液为样品, 于 220~300 nm 波长范围内扫描, 得差示吸收光谱 (见附图)。

由附图可知, 醋酸洗必泰在 259 nm 波长处有一差示吸收峰, 而盐酸麻黄素在此处无干扰吸收, 故选用 259 nm 为醋酸洗必泰的测定波长。

2. 浓度与吸收度的关系

取经 105℃ 干燥至恒重的醋酸洗必泰约