

速效牛黄胶囊质量标准研究

李玉芝 冯艳荣 赵建民¹(保定 071051 保定市药品检验所;¹安国 071200 河北省安国制药厂)

速效牛黄胶囊是由人工牛黄、黄连、雄黄、朱砂等中药组成,具有清热降压、镇惊开窍之功,用于烦躁不安、神志昏迷及高血压引起的头目眩晕等症。本文采用薄层色谱法对人工牛黄和黄连进行了定性鉴别^[1],用砷盐测定法对雄黄进行了限度检查^[2,3],并对朱砂所含的硫化汞进行了含量测定^[2,3],结果满意。

1 材料与仪器

样品由安国制药厂提供;阴性对照品自制;胆酸对照品、盐酸小檗碱对照品均由中国药品生物制品检定所提供;硅胶 G 购于青岛海洋化工厂;试验所用试剂均为分析纯。

2 薄层色谱鉴别

2.1 人工牛黄的薄层鉴别:取本品内容物 1.6g,加乙醇 20ml,加热回流 1h,放冷,滤过,滤液作为供试品溶液。另取缺人工牛黄的阴性对照品,同法制成阴性对照品溶液。再取胆酸对照品加乙醇溶解,制成每 1ml 含 1mg 的溶液作为对照液。照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述溶液各 5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-乙醚-冰醋酸(2:2:1)为展开剂展开,展距约 15cm,取出,晾干,喷以 10%磷钼酸乙醇液,置 105℃烘约 10min,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上显相同的蓝色斑点,阴性对照品色谱中,在与对照品色谱相应位置无相同斑点。

2.2 黄连的薄层鉴别:取 2.1 项下的供试品溶液作为

供试品溶液,同法制成阴性对照品溶液。另取盐酸小檗碱对照品加乙醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液作为对照品溶液,照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述溶液各 10 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-正丁醇-甲酸-水(10:7:1:1)为展开剂,展距约 18cm,展开,取出,晾干,在紫外灯(365nm)下检视,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上显相同的黄色荧光斑点。

3 砷盐限度检查

取本品 1 粒,取出内容物,混匀,称取 0.5g,加稀盐酸 5ml,置具塞试管中,振摇 20min,过滤,滤渣用稀盐酸洗涤 2 次,每次 3ml,滤过,合并滤液至 200ml 量瓶中,滤渣再用水洗至洗液无色,洗液滤至量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。精密量取 1ml,加盐酸 5ml,与水 22ml,照砷盐检查法(《中国药典》1995 年版一部附录 IX F 一法)检查,含砷量不得过万分之二。

4 含量测定

4.1 测定方法:精密称取本品 0.6g,置 250ml 锥形瓶中,加入硫酸 10ml,硝酸钾 1.5g,加热使成乳白色,放冷,加水 50ml 溶解后,滴加 1%高锰酸钾溶液至显粉红色,再滴加 20%硫酸亚铁溶液至红色消失。加硫酸铁铵指标液 2ml,用硫氰酸铵液(0.1mol/L)滴定。每 1ml 硫氰酸铵液(0.1mol/L)相当于 11.63mg 的 HgS。共测定 5 批(批号:960604,960704,960907,961112,970122)的含量(mg/粒)分别为 38.77,39.16,39.92,40.10,

中国现代应用药学杂志 1998 年 8 月第 15 卷增刊

39.24, 平均值为 39.44, RSD 为 1.406%。

4.2 加样加回收实验:精密称取已知含量的样品0.6g, 准确加入含量为 96.5%的朱砂对照药材适量,按含量测定方法操作,测得平均回收率为 96.7%, $RSD = 0.905\%$ ($n = 5$)。

5 讨论与小结

在黄连的薄层鉴别中,层析展开时的温度在 20~30℃为宜,温度的变化造成溶剂蒸气等极性的变化,对色谱中的斑点位置及分离度均有影响。为有效地控制雄黄中有毒成分三氧化二砷的量,根据《中国药典》规

定,处方用量及临床应用情况,砷盐的限度定为不超过万分之二。朱砂中所含硫化汞如果服用过量,对人体毒害较大,故对其进行含量测定,以严格控制。

参考文献

- 1 卫生部药典委员会.中药薄层色谱彩色图集.广东科技出版社,1993:91.
- 2 中国药典.1995:114,298.
- 3 张贵军.常用中药大全.黑龙江科学技术出版社,1993:346,816.

收稿日期:199-04-13