

平消胶囊质量标准含量测定方法的改进

黄海欣 田 宏 赵培敬(南阳 473061 河南省南阳市药品检验所)

摘要 目的: 完善平消胶囊的质量标准。方法: 对平消胶囊进行试验研究。结果: 平消胶囊质量标准中含量测定项方法不妥。
结论: 对标准提出了修改意见。

关键词 平消胶囊; 含量测定; 质量标准

Improvement on quality control standards determination method of Pingxiao Capsule

Huang Haixin, Tian Hong, Zhao Peijing(*Henan Nanyang prefecture institute for Drug Control 473061*)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To modify the quality control standards of Pingxiao Capsule. To control quality of medicines and

chemical reagents. **METHOD:** Experiments were carried out in quality control standards of Pingxiao Capsule. **RESULTS:** The original quality control standards of Pingxiao Capsule was not appropriate. **CONCLUSION:** A suggestion to revise of quality control standards of Pingxiao Capsule was made.

KEY WORDS Pingxiao capsule, determination, quality control standard

平消胶囊为抗肿瘤的中成药,载于部颁药品标准中药成方制剂第二十册,其含量测定是取样品加浓氨溶液碱化,用氯仿超声或浸泡放置提取,滤过,滤液加 0.5mol/L 硫酸溶液提取,定容,在 262nm 和 300nm 处测定吸收值,计算即得。该法误差大,对此作了改进试验。

1 仪器及材料

UV240(日本),平消胶囊(某制药股份有限公司),试剂试药均为 AR,土的宁对照品(中国药品生物制品检定所)。

2 试验方法

取样品 2 份,每份 3g,精密称定,1 份按标准方法制成供试品溶液。另 1 份精密加入 0.5mol/L 的硫酸溶液 20ml,超声处理 40 分钟,离心。精密量取溶液 10ml,加浓氨溶液使成碱性,用氯仿提取 4 次,每次 10ml,合并氯仿液。氯仿液用 0.5mol/L 的硫酸溶液提取 4 次,每次 20ml,合并硫酸溶液,通过 0.5mol/L 的硫酸溶液湿润的滤纸,置 250ml 量瓶中,加 0.5mol/L 的硫酸溶液至刻度,摇匀,作为改进供试品溶液。将上述溶液在 262nm 和 300nm 处测定吸收度,计算即得。标准方法和改进方法试验结果见表 1。

表 1 标准方法和改进方法试验结果表

批 号	990842			990936		
试验次数	1	2	3	1	2	3
标准方法	0.318	0.287	0.352	0.381	0.347	0.405
改进方法	0.199	0.198	0.200	0.218	0.220	0.215

3 加样回收率试验

取批号为 990936 样品约 3g,供 9 份,精密称定。再精密量取 3 种浓度不同的土的宁溶液各 3 份,分别加入样品中,按改进方法试验,计算回收率,结果见表 2。

表 2 回收率测定结果

样品量	对照品量	测定量	回收量	回收率	平均回收率	RSD
(mg)	(mg)	(mg)	(mg)	(%)	(%)	(%)
0.198	0.106	0.301	0.103	97.2		
0.201	0.106	0.306	0.105	99.1		
0.199	0.106	0.304	0.105	99.1		
0.200	0.212	0.409	0.209	98.6		
0.198	0.212	0.408	0.210	99.1	98.8	0.66
0.199	0.212	0.408	0.209	98.6		
0.200	0.318	0.514	0.314	98.7		
0.196	0.318	0.512	0.316	99.4		
0.197	0.318	0.512	0.315	99.1		

4 小结和讨论

4.1 小结 经过多次用改进方法试验和回收加样试验,改进方法结果稳定,重现性好,优于原标准方法,有实用价值和意义。

4.2 讨论 原方法在供试品溶液的制备中用氯仿作溶媒。氯仿为易挥发性溶剂,滤过中受温度的高低,滤纸的大小等因素的影响,氯仿大量挥发,滤液量不易控制。另外,氯仿作溶媒,一般较易滤过,由于平消胶囊组成特殊,用氯仿提取很难滤过。笔者用一般过滤,减压抽滤,离心等方法,都不理想,使滤液不能定量控制,有时得不到溶液 10ml。导致测得含量不准确。

在对平消胶囊的含量测定修订中,为了解尽可能和原标准保持一致,又克服氯仿挥发和不易滤过造成的弊端,设计了上述的试验方法,可采用标准中的公式进行计算。