

表 1 方法的回收率和精密度结果

加入量(g)	测得量(g)	回收率(%)	平均回收率(%)
0.05049	0.05011	99.25	99.98±0.63 RSD=0.63%
	0.05071	100.44	
	0.05019	99.41	
0.1261	0.1265	100.32	
	0.1256	99.60	
	0.1253	99.37	
0.1512	0.1509	99.80	
	0.1526	100.93	
	0.1523	100.73	

量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,即得。分别取 1250 μ g/ml 对照品溶液与上述样品溶液进样,外标法测定。结果如表 2。

六、稳定性考察

按照样品测定项下方法,对同一样品溶液在 7 小时内每隔 1 小时进行测定,青霉素 V 钾的峰面积无明显变化。RSD=1.1%(n=7)。

表 2 样品测定结果(n=3)

药品来源	批号	本法	硫醇汞盐分光光度法
药厂 1	20010409	95.2±0.5%	95.6±0.7%
药厂 2	010501	102.4±0.4%	103.0±0.5%
药厂 3	20010201	94.4±0.5%	94.8±0.9%
药厂 4	20010311	107.4±0.5%	106.8±0.6%
药厂 4	20010310	106.5±0.6%	106.1±0.4%

七、讨论

由于青霉素 V 钾在 254nm 波长处的紫外吸收系数较小,故样品溶液的浓度较高,易造成前沿峰,选择 1250 μ g/ml 的浓度,进样 20 μ l,或 2500 μ g/ml 的浓度,进样 10 μ l,效果较好。

参考文献

- (1)安登魁主编. 药物分析. 济南出版社,1992. 1595
- (2)药典委员会编.《中华人民共和国药典》,二部. 化学工业出版社,2000. 354
- (3)周明扬主编. 实用药品检验. 吉林科学技术出版社,510

DETERMINATION OF PHENOXYMETHYLPENICILLIN POTASSIUM TABLETS BY HPLC

Wang Yan Liu Yanli Gao Bo Gao Yan

(Panjin Institute for Drug Control, Liaoning Province, 124010)

Abstract Objective: Phenoxymethylpenicillin Potassium in Phenoxymethylpenicillin Potassium tablets were determined by HPLC. **Methods:** The stationary phase; ODS column (4.6 × 250mm, 5 μ m), the mobile phase; water-acetonitrile-acetic acid (650 : 350 : 5.75). Detection was done at 254nm, external standard method. **Results:** The calibration curve was linear in the range of 250~1500 μ g/ml, C=0.001038A + 10.16173, r=0.9999. The average recovery was 99.98%, RSD=0.63%(n=9). **Conclusion:** This method is simple accurate, good repeatability and is suitable for quality control of Phenoxymethylpenicillin Potassium in Phenoxymethylpenicillin Potassium tablets.

Key words HPLC; Phenoxymethylpenicillin Potassium

小儿泻速停颗粒鉴别方法研究

薛纯盛 王孟良 肖健

(河南省新乡市药品检验所 新乡 453000)

摘要 小儿泻速停颗粒原质量标准中鉴别项多为颜色反应,结果不易判断,专属性差。本文中采用薄层色谱法,用对照药材地锦草,儿茶和对照品没食子酸,儿茶素,芍药苷作对照分别对其中的地锦草,儿茶,白芍进行鉴别。结果表明本方法稳定,重现性好,专属性强,用于其质量控制可得到良好的效果。

关键词 小儿泻速停颗粒; 薄层色谱法; 鉴别; 地锦草; 儿茶; 白芍

小儿泻速停颗粒是卫生部药标准新药转正标准第五册收载品种,功能清热利湿,健脾止泻,解痉止痛。原质量标准中的鉴别方法多为颜色反应,分离不完全,干扰因素多,专属性差,结果不易判断。因此,我们做了进一步的研究性试验。针对处方中的主要药物地锦草、儿茶、白芍分别用薄层色谱法予以鉴别,取得了良好的效果。

一、试剂、对照品及样品

本实验所用试剂均为分析纯。硅胶 G:青岛海洋化工厂。薄层板:10×10cm。

对照品:(1)没食子酸:化学试剂(分析纯)。(2)儿茶素:SIGMA CHEMICAL CO。(3)芍药苷 中国药品生物制品检定所,批号 0735-9710。对照药材:地锦草、儿茶本所鉴定为《中国药典》2000 年版品种。

小儿泻速停颗粒样品:河南省百泉制药厂生产;批号:980417、970509、980502、980503、980421。

阴性对照样品:缺地锦草、缺儿茶、缺白芍三种阴性对照样品由河南省百泉制药厂制备。

二、实验方法与结果

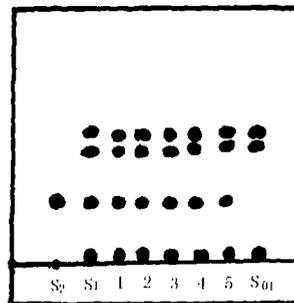
按《中国药典》2000 年版一部附录薄层色谱法规定条件,依法操作,进行如下实验。室温:28℃,相对湿度:78%,展开距离:9.0cm。

(一)地锦草的鉴别

取样品 15g,加甲醇-水(1:1)60ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液浓缩至约 20ml,加水 10ml,稀硫酸 1ml,回流 1 小时,用醋酸乙酯提取 2 次,每次 30ml,合并醋酸乙酯提取液,浓缩至 2ml,作为样品供试液。取缺地锦草阴性对照样品 15g,同法制备成阴性对照供试液。取地锦草对照药材 5g,加水提取两次,每次 100ml,15 分钟,合并提取液,浓缩至干,同法制成对照药材溶液。取没食子酸对照品,加甲醇制成每 1ml 含 10mg 的溶液作为对照品溶液。取对照品溶液 1 μ l,其它三种溶液各 5 μ l,分别点于同一含 0.5%氢氧化钠的羧甲基纤维素钠溶液为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以甲苯(水饱和)甲酸乙酯-甲酸(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干。喷 5%三氯化铝乙醇液,氨气熏 3 分钟,样品供试液色谱中,与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上,均显相同颜色的斑点;阴性对照样品色谱中相应位置上,无对应的斑点。结果见图 1。

(二)儿茶的鉴别

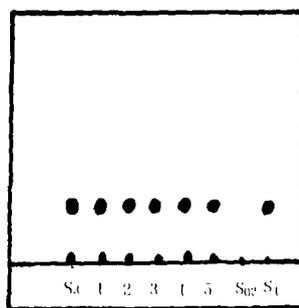
取样品 10g,加氯仿-甲醇(1:1)50ml,超声处理 15 分钟,滤过,滤液浓缩至 5ml,作为供试液。取缺儿茶阴性对照样品 10g,同法制成阴性对照供试液。取儿茶对照药材 0.5g,加氯仿-甲醇(1:1)溶液



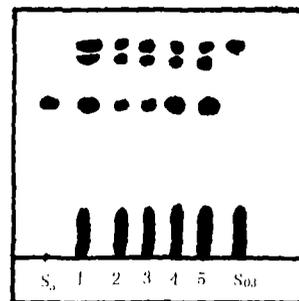
20ml,超声处理 15 分钟,滤过,滤液浓缩至约 5ml,作为对照药材溶液;取儿茶素对照品,加甲醇-氯仿(1:1)制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取样品供试液、阴性对照样品供试液、对照药材液及对照品溶液各 3 μ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上。以氯仿-甲醇-甲酸(8:1.5:0.15)为展开剂,展开,取出,晾干。喷 5%对二甲胺基苯甲醛乙醇液(临用前取 10ml,加高氯酸 2 滴),100℃加热至斑点清晰。样品供试液色谱中,与对照药材色谱和对照品色谱相应位置上,均显相同颜色的斑点。阴性对照样品色谱相应位置上无对应的斑点。结果见图 2。

(三)白芍的鉴别

取缺白芍阴性对照样品 10g,按 2.2 项中样品供试液制备方法制备阴性对照供试液。取芍药苷对照品,加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取 2.2 项下的样品



供试液、阴性对照样品供试液及对照品溶液各 5 μ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上。以氯仿-甲醇-醋酸乙酯(8:4:1)为展开剂,另槽加入等体积的浓氨试液,饱和 15 分钟,展开,取出,晾干。喷 5%香草醛硫酸液,100℃加热至斑点清晰。样品供试液色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点;阴性对照样品色谱相应位置上,无对应的斑点。结果见图 3。



S₁ 地锦草对照药材。S₂ 没食子酸对照品。S₃ 儿茶对照药材。S₄ 儿茶素对照品。S₅ 芍药苷对照

品。S₀₁缺地锦草阴性对照样品。S₀₂缺儿茶阴性对照样品。S₀₃缺白芍阴性对照样品。1、980417 批样品。2、970509 批样品。3、980502 批样品。4、980503 批样品。5、980402 批样品。

三、讨论与小结

处方中主药地锦草文献^[1]记载主要成分为可水解鞣质和没食子酸,其叶中含量达 12.89%。鞣质水解后生成没食子酸;其它几味中药中此成分含量是低微,通过对显色剂的筛选,本文中的方法突出反映了地锦草中鞣质水解后生成的没食子酸,通过其阴性对照试验得到了验证。

儿茶中主要含缩合鞣质和儿茶素,综合文献^[2,3]中记载的检查儿茶药材中儿茶素的方法,利用对照药材和对照品来鉴别本制剂中的药材儿茶。

原药品标准中的芍药苷虽然用薄层方法鉴别,但其方法干扰组分多,显色剂效果差;在 3·3 的方

法中通过对提取方法和显色剂的改进,色谱中的干扰组分减少,主斑点清晰度明显增加,效果更好。

结果表明:在不同温度、湿度下多次试验,三种方法均有良好的重现性和稳定性。阴性对照试验表明了良好的专属性。上述三种方法用于鉴别小儿泻速停颗粒中的地锦草、儿茶、白芍比原药品标准^[4]中方法专属性强,稳定性好,准确度高,作为小儿泻速停颗粒质量控制的方法是可行的。

参 考 文 献

[1]中国医学科学院药用植物资源开发研究所等《中药志》第四册,第 2 版,北京:人民卫生出版社,1988 320

[2]徐礼荣 刘爱茹. 中草药有效成分的分析Ⅲ. 儿茶中儿茶素的测定. 药学学报,1980. 15(10): 636~639

[3]杨树德 对二甲氨基苯甲醛比色法测定儿茶中儿茶素. 药物分析杂志,1981. 1(1): 44~45

[4]卫生部药品标准《新药转正标准》第五册 1996 年

STUDY ON THE METHOD OF IDENTIFICATION FOR PEDIATRIC XIESUTING GRANULES

Xue Chunsheng Wang Mengliang Xiao Jian

(Henan Xinxiang Institute for Drug Control, Xinxiang 453000)

Abstract Some reactions in identification for pediatric xiesuting granules are color reactions and specializations are poor. This paper describes a good method (TLC) by reference drugs (Creeping Euphorbia, Catechu) and chemical reference substances (catechin). The reproducibility and specialization of the TLC method is good.

Key words pediatric xiesuting granules; TLC; identification; Creeping Euphorbia; Catechu; White peony Root

皮炎平软膏的快速鉴别

李 莉^① 张连成^① 吴 颖^②

摘要 本文对皮炎平软膏 RTC 的显色剂与提取方法进行了改进,操作简便,结果准确。

关键词 皮炎平软膏; 显色剂; 提取方法

皮炎平软膏是常用的外用消炎药,近年来,该药品出现假药现象屡禁不止。现有药品标准(以下称原法)^[1]中,采用 RTC 方法鉴别皮炎平软膏中醋酸地

塞米松与薄荷脑两种有效成份,其缺点主要有两方面,一是显色剂配制繁琐;二是提取方法的重现性较差。鉴于此,我们用硫酸替代原法中的两种显色剂四氮唑蓝试液与香草醛硫酸试液,并改进了提取方法,结果较原法专属性强,准确度高,操作简便。

① 齐齐哈尔市药检所 161006

② 漯河市药检所 161000