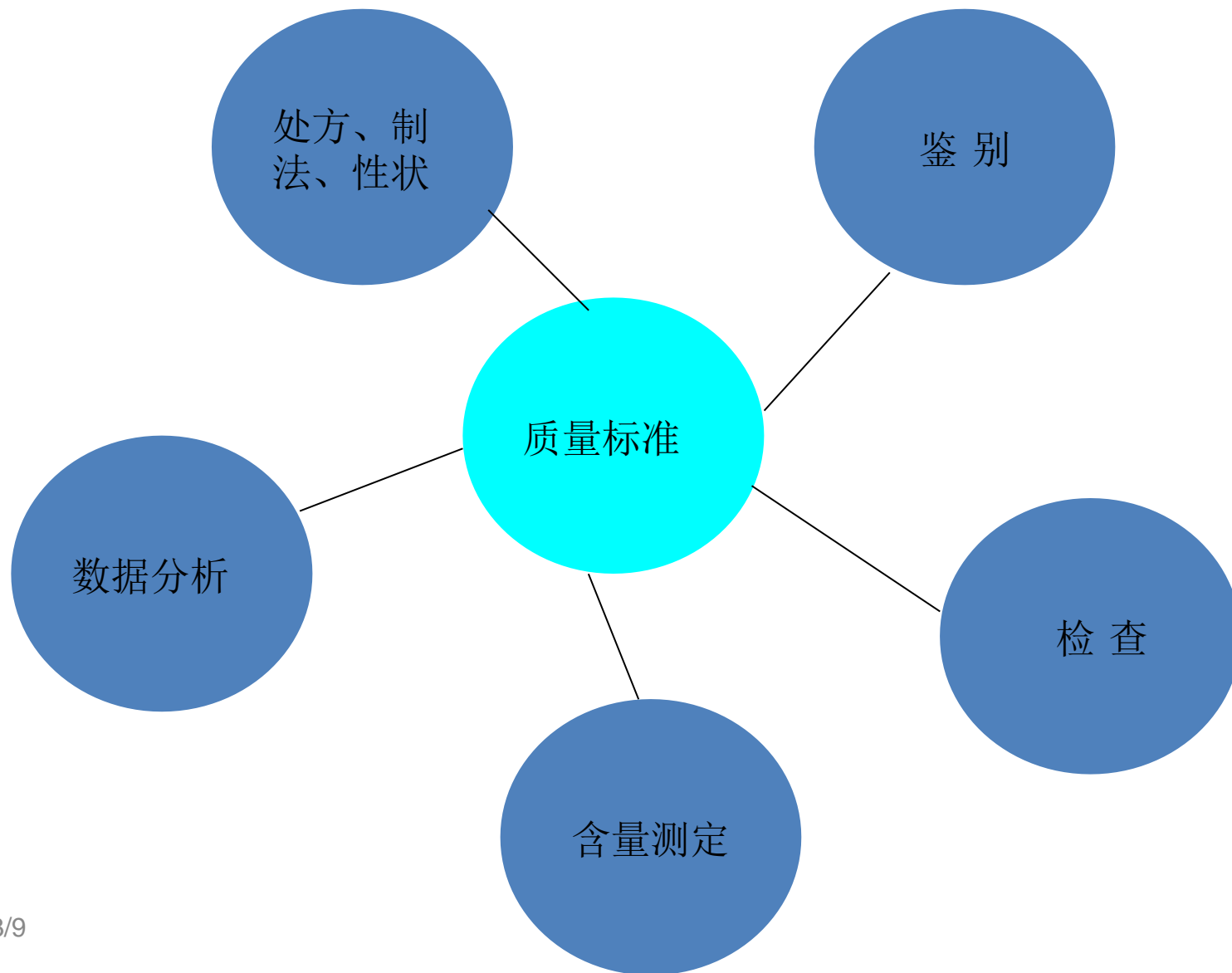


当归滴丸为当归挥发油提取制成的滴丸，具有活血化瘀之功效。为了控制该制剂的质量，建立了薄层色谱法对本品中藁本内酯进行定性研究，建立了采用HPLC法测定藁本内酯含量的方法。

- 进行了方法学研究，包括供试品溶液的制备方法考察、系统适用性实验、线性关系考察、精密度、稳定性、重现性、加样回收率和耐用性试验、测定了三批中试样品的含量，同时对当归滴丸三批中试样的装量差异、溶散时限、重金属、砷盐、微生物限度等进行检查。

一、质量标准



- **【处方】** 当归
- **【制法】** 称取当归粉末（过 60 目筛）约 0.2g，精密称定，置 50mL 锥形瓶中，分别精密加入上述溶剂各 25mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用相应溶剂补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液用微孔滤膜滤过，取续滤液即得。
- **【性状】** 本品拟为棕褐色滴丸，气特异，味先微甜后转苦麻。

【鉴别】

薄层鉴别

取本品2ml，置分液漏斗中，用石油醚（30~60℃）震荡提取5次，每次10ml，合并石油醚液，挥干，残渣加1ml甲醇使溶解，作为供试品溶液。另取藁本内酯对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法试验，吸取上述两种溶液各10 μ l分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（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，在于对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】

- 装量差异、溶散时限、重金属、砷盐、微生物限度等进行检查。

1. 装量差异

批号	100001		100002		100003	
指标	丸重 (mg)	与标示量差异 (%)	丸重 (mg)	与标示量差异 (%)	丸重 (mg)	与标示量差异 (%)

2. 溶散时限

批号	100001	100002	100003
指标	溶散时限 (min)	溶散时限 (min)	溶散时限 (min)

3. 重金属检查

批号	100001	100002	100003
重金属含量（以Pb 计）	< 百万分之十	< 百万分之十	< 百万分之十

4. 砷盐检查

批号	100001	100002	100003
砷盐含量 (以As 计)	< 百万分之二	< 百万分之二	< 百万分之二

5.微生物限度检查

批号	细菌数	霉菌和酵母菌	大肠埃希菌
100001	<10 个/g	<10 个/g	未检出/g
100002	<10 个/g	<10 个/g	未检出/g
100003	<10 个/g	<10 个/g	未检出/g
标准规定	<1000个/g	<100 个/g	不得检出/g

- 结果表明：
- 三批成品的装量差异、溶散时限、重金属、砷盐等均小于实验要求，均符合药典规定。
- 三批样品微生物限度检查均符合规定。

【含量测定】

- 1.1 试药

以藁本内酯为对照品，纯度 $>95\%$ ，当归对照药材均购自中国生物制品鉴定所，当归滴丸（批号：100001，100002，100003）自制。

- 1.2 试剂

甲醇、乙醇为色谱纯和分析纯；乙酸乙酯、正己烷均为分析纯；去离子水；硅胶 G薄层板（烟台市化学工业研究所）。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/946223010200010055>