

℃、相对湿度 75% 下保存^[4],除当月考察一次外,每月再考察一次,连续 3个月,另取无包装的肾炎康复薄膜衣片和糖衣片,于温度 39℃、相对湿度 95%保存 24 h后观察,结果见表 1 2

表 1 肾炎康复薄膜衣片稳定性试验结果

项目	加包装				无包装
	0月	1月	2月	3月	24 h
性状	合格	合格	合格	合格	合格
鉴别反应	正反应	正反应	正反应	正反应	正反应
崩解时限 (min)	20	21	20	21	21
水分 (%)	5.1	5.0	5.1	5.1	5.2
杂菌 (个/壳)	100	100	100	100	100
霉菌 (个/壳)	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
大肠杆菌	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
活螨 (个/壳)	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

表 2 肾炎康复糖衣片稳定性试验结果

项目	加包装				无包装
	0月	1月	2月	3月	24 h
性状	合格	合格	合格	合格	合格
鉴别反应	正反应	正反应	正反应	正反应	正反应
崩解时限 (min)	34	34	35	35	35
水分 (%)	5.1	5.0	5.1	5.1	5.2
杂菌 (个/壳)	100	100	100	100	100
霉菌 (个/壳)	< 10	< 10	< 10	< 10	< 10
大肠杆菌	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
活螨 (个/壳)	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

4 操作中注意事项

4.1 喷包薄膜衣对基片要求较高,一般硬度在 4.0 kg 以上,片面光滑、细腻、无麻面、无飞边等。

4.2 基片的含水量应低于 5%,若高于 5%,尤其贮存于湿热环境中,片子易变形,体积膨胀导致薄膜衣片渗漏,影响薄膜衣片的质量^[5]。

4.3 喷液速度与温度是两个至关重要的因素^[4],喷液速度太快,温度太低,片子不易干燥,易粘连,反之,片子干燥过快,成膜不好,直接影响薄膜衣片的外观质量。

5 结果与讨论

5.1 通过采用欧巴代进行薄膜包衣,能大大提高生产效率,降低生产成本。肾炎康复糖衣片整个操作过程需要 12~ 16 h 才能完成,而喷包薄膜衣只需 4 h 左右。由于生产周期明显缩短,也给车间的 GMP 管理提供了便利。

5.2 通过进行薄膜包衣,使每批产品色泽一致,不褪色,且防潮,保证了产品质量。

5.3 采用薄膜包衣的同时,我们将基片 0.3 g 改为 0.48 g,使每次服药量不变,而减少了每次的吞服体积 (糖衣片成品片重 0.54 g× 8片 = 4.32 g,薄膜衣成品片重 0.5 g× 5片 = 2.5 g),我们从稳定性试验结果看出:采用薄膜包衣,基片虽为 0.48 g,但药片的崩解时限仅为 20~ 21 min,而糖衣片基片为 0.3 g,其崩解时限却为 34~ 35 min,薄膜衣片的崩解时限比糖衣片的崩解时限缩短了十几分钟,说明薄膜衣片比糖衣片在人体内更能快速崩解、吸收,更快地达到治疗效果。

参考文献

1 国家经济贸易委员会.国家级新产品.1996 664
2 王玉玺.中草药,1996,27 增刊: 18
3 谷成云,何忠友.湖南中医学院学报,1994,14(4): 61
4 蒋红芳.中国现代应用药学,1997,14(5): 39
5 杨抒宁.中成药,1991,13(4): 8

(1999-12-30收稿)

HPLC法测定小柴胡胶囊中黄芩苷的含量

杭州市药物研究所 (310023) 何锦丽

小柴胡胶囊系卫生部药品标准收载的小柴胡冲剂剂型改革而成,是由柴胡、黄芩、党参、半夏、生姜、甘草、大枣等中药组成,具有和解少阳,疏肝和胃的功效,用于治疗感冒、发热等。原冲剂仅有常规项检查,为了控制成品的质量,考虑到黄芩为方中君药,其主要成分黄芩苷有抗菌消炎解热等作用,我们采用反相高效液相色谱法测定了黄芩苷的含量,为控制成药的质量标准提供了依据。

1 药品与试剂

对照品: 黄芩苷对照品从中国药品生物制品检

定所购得。

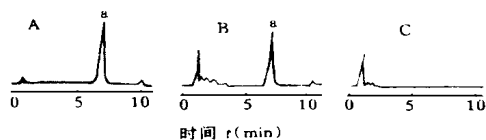
样品: 由杭州市药物研究所研制

试剂: 水为重蒸水,甲醇为色谱纯,其余均为分析纯。

2 仪器与色谱条件

SP8800高效液相色谱仪: Spectra 200型检测器 SP4600型积分仪。色谱柱: 大连依利特公司 μ -Bondapak C₁₈ (200 mm× 4.0 mm 10 μ m) 流动相: 甲醇-0.2% 磷酸溶液 (60: 40),流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 278 nm,理论塔板数以黄芩苷峰计

算应不低于 3 500 按以上条件分析样品 (图 1)。



A 黄芩苷对照品 B 样品 C 阴性样品

图 1 对照品与样品色谱图

3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备: 精密称取在 60℃ 真空干燥 4 h 的黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 约含 0.3 mg 的对照品溶液。

3.2 样品溶液的制备: 取胶囊 40 粒, 倾出其内容物, 混匀, 研细, 取细粉约 0.3 g, 精密称定, 置具塞锥形管中, 加入甲醇 30 mL, 密塞, 超声处理 15 min, 放冷, 滤过, 滤液置 50 mL 容量瓶中, 用甲醇分次洗涤残渣和容器, 洗液并入同一容量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

3.3 样品测定方法: 准确吸取样品溶液和对照品溶液各 20 μL, 注入液相色谱仪, 照上述色谱条件, 外标法进行测定。

3.4 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 20 μL, 注入液相色谱仪, 重复进样 5 次, 求得峰面积, RSD 为 0.42%。

3.5 线性关系试验: 精密称取在 60℃ 真空干燥至恒重的黄芩苷对照品, 以甲醇制成每 1 mL 含 23.62 μg 的对照品溶液, 精密吸取 4, 8, 12, 16, 20

μL 进样测定, 以峰面积和进样量进行线性回归计算, 结果表明黄芩苷在 0~0.4724 μg 之间线性关系良好, 以黄芩苷进样量 (μg) 为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 回归方程为: $Y = 2622.56X$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

3.6 重现性试验: 按样品溶液制备方法处理同一批样品 5 份, 依法测定, 求得峰面积, 结果重现性良好, 样品中黄芩苷含量的 RSD 为 0.98%。

3.7 回收率试验: 准确称取已测知含量的样品, 定量加入黄芩苷对照品适量, 依法测定, 结果测定的回收率为 101.9%, RSD 为 0.72% ($n = 5$)。

3.8 样品测定: 按样品测定方法测定 5 批成药样品, 结果黄芩苷含量分别为 1.503%, 1.602%, 1.522%, 1.548%, 1.598%。

4 讨论

4.1 流动相的选择: 本实验流动相选择了甲醇-0.2% 磷酸溶液 (60:40, 50:50, 70:30) 进行试验, 结果以甲醇-0.2% 磷酸溶液 (60:40) 流动相分离效果比较好。

4.2 对黄芩苷标准品溶液在 200~600 nm 范围内进行扫描, 测得其最大吸收波长为 278 nm, 对样品中所测成分色谱峰与黄芩苷对照品色谱峰在 200~600 nm 的紫外光谱进行比较, 结果一致。所以我们选用紫外检测波长为 278 nm, 黄芩苷峰可以与其它峰达到良好的基线分离。

(1999-06-17 收稿)

薄层扫描法测定咳欣康片中麻黄碱的含量

承德中药集团有限责任公司 (067000) 索伟 雒丽佳

咳欣康片是在麻杏石甘汤的基础上添加桔梗、黄芩、罂粟壳等药材按现代制药工艺制成的中药制剂。

麻黄, 辛、甘温, 宣肺解表而平喘, 系本方中之君药。其中主要成分麻黄碱的含量测定方法已有报道^[1,2], 结合具体情况, 本文采用双波长薄层扫描法, 建立了一种灵敏、可靠和较为经济、便捷的检测咳欣康片中麻黄碱含量的方法。

1 仪器与试药

咳欣康片: 承德中药集团生产。咳欣康片阴性对照品: 取处方中除麻黄外的其他 6 味药材, 按咳欣康

片制备工艺制得。盐酸麻黄碱对照品: 中国药品生物制品检定所。HSG 高效薄层板: 烟台化工研究所。茚三酮: 化学纯。其余试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 对照品溶液制备: 精密称定盐酸麻黄碱对照品适量, 用无水乙醇溶解, 定容于 5 mL 容量瓶中, 制成对照品溶液。

2.2 供试液的制备: 取咳欣康片 20 片除去包衣, 精密称定重量, 计算平均片重, 研细。精密称定相当于 10 片重量的粉末, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 精密加入 20 mL (1→100) 盐酸水溶液, 冷浸放置过夜。