

测试液。以 0 管为空白,先以对照品测试液于分光光度计 300~ 600 nm 进行扫描, $\lambda_{\max}$ 为 410 nm,然后在该波长处分别测定吸光度。在本实验条件下,贝母素甲在 2.368~ 11.84 μ g/mL 范围内线性关系良好,回归方程为: $A = 0.0412C - 0.0155$ ($r = 0.9995$)。

1.5 加样回收率及精密度测定:精密量取已知含量的样品液 9 份,分为 3 组,分别加入贝母素甲对照品溶液依标准曲线项下操作测定吸光度。结果平均回收率为 97.7%, $RSD = 4.2\%$ 。

1.6 样品测定:精密吸取样品溶液一定量,依标准曲线项下操作测定吸光度

1.6.1 总皂苷的含量测定:精密称取各贝母样品粉末约 5 g,置索氏提取器中加入 150 mL 甲醇回流 6 h,提取液浓缩至约 50 mL,冷却后加入 150 mL 乙醚混匀,冰箱放置过夜,倾出上清液,沉淀用 10 mL 乙醚洗涤,沉淀加热溶解于 50 mL 甲醇中,用玻砂漏斗过滤,冷后加 150 mL 乙醚,混匀,置冰箱内过夜,倾出上清液,再用乙醚洗涤沉淀 2 次,然后转

移至表面皿,60℃真空干燥,得总皂苷。

2 结果

3 种样品的总生物碱(按贝母素甲计)和总皂苷的测定结果见表 1

表 1 3 种样品的总皂苷和总生物碱含量

种类	总皂苷 ($n = 6$)		总生物碱 ($n = 6$)	
	含量 (%)	RSD (%)	含量 (%)	RSD (%)
传统加工法	0.887	12.40	0.082	1.28
水洗法	0.949	8.82	0.098	3.56
打硫法	0.468	14.33	0.095	1.70

由单因素方差分析的两两比较,传统加工法与水洗法处理后的样品含总皂苷无显著性差异 ($P > 0.05$),均显著高于打硫法处理后的总皂苷含量。而水洗法与打硫法处理后的样品含生物碱无显著性差异 ($P > 0.05$),均显著高于传统加工法处理后的总生物碱含量。可见水洗法处理后贝母含总皂苷和总生物碱较高,色泽洁白,外观好,加工方法也较简便,此法为优。传统加工法损失生物碱较多,打硫法损失总皂苷较多,因此可根据所需成分选择加工方法

(2000-01-26 收稿)

肾炎康复片薄膜包衣生产工艺的研究

天津同仁堂制药厂 (300132) 刘建君* 周乐华 李永仓 白美芬

肾炎康复片是根据中医理论研制而成的纯中药制剂,主要由山药、丹参、白花蛇舌草、生地黄等药味组成,功能为益气养阴、补肾健脾、清热解毒,用于治疗慢性肾小球肾炎,神疲乏力、腰酸腿软、面浮肢肿、头晕耳鸣、蛋白尿、血尿等症及糖尿病性、妊娠性肾病的治疗^[1]。

为了适合糖尿病肾病、高血压肾病及肥胖病患者不宜摄取过多糖的需要,克服糖衣片容易吸潮、花片、裂片、崩解缓慢等缺点;报道薄膜包衣在抗湿、抗热、抗磨、崩解、药物释放及外观均优于糖衣片^[2,3],因此,我们对肾炎康复片糖衣生产工艺进行了改进,采用欧巴代薄膜包衣材料,研制出肾炎康复片薄膜衣片,并对其进行了稳定性试验,其结果符合规定要求。

1 实验仪器

HZP-28 型高速压片机; PC1500 型 Glat 高效包衣机; WS 型调温调湿箱

2 实验过程

2.1 新工艺:①取一定量的去离子水或 60%~80% 乙醇置搅拌罐内,启动搅拌器,待整个液面形成漩涡后,以均匀的速度加入一定量的欧巴代干粉,持续搅拌 45 min(必要时进行过滤),备用。②首先温罐,然后取一定量的基片置高效包衣罐内,待片床温度升至 38℃~40℃时,开启喷枪,连续喷液(上述制备好的包衣滤液),并使压缩机压力保持在 0.4 MPa 左右,喷液流速为 750~1500 g/min,罐内热风温度保持在 70℃~80℃,直至将定量溶液全部喷完为止(全过程一般在 4 h 左右)。

2.2 原生产工艺:基片置包衣罐内,按顺序和规定时间、次数上好隔离层、粉层、糖层、有色糖层、蜡层(全过程一般在 12~16 h 左右)。

3 初步稳定性试验方法及结果

取已包装的肾炎康复薄膜衣片和糖衣片,每批 3 瓶,共 3 批,置于调温调湿箱中,在温度 37℃~40

* 刘建君 主管中药师,天津同仁堂制药厂技术科工作,负责工艺技术管理工作。

℃、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