

聂中越, 张景忠 (深圳市人民医院; 暨南大学第二临床医学院, 广东 深圳 518020)

中图分类号: R283.6 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2005)07-0679-02

固冲分散片的研制是根据中医理论及多年的临床经验, 采用先进的制剂工艺而得, 具有益气固冲, 又能收敛养血。为治疗血崩标本兼顾之剂。

1 处方

白术 150g, 黄芪 150g, 山茱萸 100g, 白芍 150g, 煅龙骨 150g, 煅牡蛎 300g, 地榆炭 150g, 海螵蛸 150g, 地茜草 100g。

2 制备工艺

2.1 全浸膏粉的制备

本工艺是采用水提醇沉法, 先以水为溶媒将上述已粉碎成细粉的药材进行蒸汽回流, 以 100℃ 水提取 2 次, 每次 2h。然后将提取液适量浓缩成每 1mL 相当于药材 1~2g 左右, 再用 75% 乙醇 (约处方中生药总量的 3 倍) 浸渍 12h, 恒温回流 2h, 滤过。将提取的澄清液体浓缩成浸膏备用, 稠膏采用真空喷雾干燥即成固冲全浸膏粉。

2.2 分散片的制备

按处方量的固冲浸膏粉与载体材料泊洛沙姆混合后, 强力持久地研磨一定时间, 借助机械力降低药物的粒度, 形成固体分散体。该固体分散体与辅料混合均匀, 以 95% 乙醇为湿润剂, 过 40 目筛网制成湿颗粒, 于 60℃ 烘箱中干燥至水分含量为 5%, 整粒 (40 目), 过 80 目筛网去细粉, 即得粒度为 40~80 目的干颗粒, 压片, 片重约 0.30g, 控制片剂硬度为 (2.9~3.1) kg/mm²。

3 质量控制

3.1 性状

本品为浅棕色或棕色的片; 味苦。

3.2 鉴别

取本品 3g, 研碎, 加乙醚 30mL, 加热回流 1h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加醋酸乙酯 1mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取白术对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱方法试验, 吸取上述两种新制备的溶液各 1μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚 (60~90℃) - 醋酸乙酯 (50:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 香草醛硫酸溶液, 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

3.3 检查

应符合片剂项下的有关的规定^[1]。

3.4 含量测定

以本方君药黄芪所含黄芪甲苷作为含量测定的指标, 采用薄层扫描法进行测定。

3.4.1 实验条件 供试品溶液提取溶媒以水饱和的正丁醇, 碱洗选用 1% 氢氧化钠溶液; 吸附剂采用硅胶 H 板进行分离; 展开剂选用正丁醇: 乙酸异戊酯: 水 (4:1:5)。显色剂为 27% 硫酸乙醇喷雾显色; 扫描条件选择双波长反射锯齿扫描, 检测波长 520nm, 参比波长 700nm, 扫描速度 20mm · min⁻¹, 狭缝 1.25mm × 1.25mm, 线性参数 Sx = 3^[2]。

3.4.2 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷 3.2mg, 加甲醇溶解并稀释至 5mL 量瓶中至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

3.4.3 供试品溶液的制备 取本品研匀的内容物约 2g, 精密称定, 加水饱和的正丁醇溶液 (40, 20, 20, 10mL) 超声 20min 提取, 离心 20min · 次⁻¹ (5000r · min⁻¹), 分并上清液, 水浴上蒸干, 残渣加 1% 氢氧化钠溶液 10mL 分次溶解, 移至 D₁₀₁ 大孔吸附树脂 100mL 洗脱, 弃去, 再用正丁醇饱和的水洗至中性, 后用 30% 乙醇 50mL 洗脱, 弃去, 继用 70% 乙醇 100mL 洗脱, 收集洗脱液, 水浴上蒸干, 加甲醇溶液定容至 1mL, 作为供试品溶液。

3.4.4 线性关系 精密吸取对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0μL 点于同一硅胶 H 高效薄层板上, 在上述展开条件下展开, 显色, 于 105℃ 烘 5~8min, 取出, 用同样大小的玻璃板覆盖, 胶布固定, 放冷, 在上述扫描条件下测定, 以扫描面积为纵坐标, 点样量为横坐标, 绘制标准曲线, 得黄芪甲苷的回归方程为: Y = 7216.51 + 12065.35X, r = 0.9994。

3.4.5 精密度及稳定性试验 在同一硅胶 H 薄层板上, 点 5 个相同浓度的标准品溶液, 在上述展开条件下展开, 显色, 在上述扫描条件下扫描测定, 结果黄芪甲苷 X = 31875.236, RSD = 1.91%, 每隔 15min 测定一次, 结果 1.5h 内基本稳定。

3.4.6 回收率试验 取已测定含量的供试品 5 份, 加入黄芪甲苷对照品, 依法提取, 展开、显色、扫描测定, 计算结果, 黄芪甲苷的平均回收率为 98.12%, RSD = 1.61%。

3.4.7 样品测定 精密吸取对照品溶液 2.0μL 供试品溶液点于同一硅胶 H 薄层板上, 依法展开, 显色, 扫描测定结果, 黄芪甲苷含量 (mg/片) 分别为 0.156、0.147、0.161、0.152、0.158, 其 RSD 分别为 1.89%、1.32%、1.97%、1.80%、1.92%。

4 讨论

根据文献^[3]中有关黄芪甲苷在复方制剂中的扫描波长, 同时将层析显色后的薄层板, 置薄层扫描仪中, 对黄芪甲苷对照品斑点, 在可见光区 (370nm~700nm) 进行光谱扫描, 以及在选定的波长 λ = 520nm 处再进行扫描。结果两者均在

基金项目: 广东省深圳市 2004 年科技计划资助课题, 编号: 20041075。
作者简介: 聂中越, 男, 研究员, 主任药师, 教授级高级工程师, 从事药学和医院临床药学研究工作。

520nm 波长处有最大吸收,故选用 520nm 作为测定波长。双波长薄层扫描法测定其有效成份,分离较好,方法重视性好,精密度高。

参考文献

[1] 中国药典 2000 年版一部[S]. 2000:附录 ID.

[2] 杨风梅. 九味心脑血管康胶囊中黄芪甲苷和人参皂苷 Rg₁ 的定量分析[J]. 中成药. 2003, 24(3):186.

[3] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究[M]. 北京:中国医药科技出版社. 1994. 169.

收稿日期:2005-04-30