

复方桂麻泡腾片的制备及质量控制

梁高明(广东省深圳市龙岗中心医院,广东 深圳 518116)

摘要:目的 制备复方桂麻泡腾片并对其进行质量控制。方法 采用薄层色谱法鉴别盐酸麻黄碱;建立 HPLC 控制葛根素的含量,采用 Hypersil-C18($\varnothing$ 4.6mm $\times$ 200mm, 5 μ m)色谱柱,流动相为甲醇-重蒸水(25: 75),检测波长 250nm。结果 该含量测定方法的线性范围为 0.1224 μ g $\sim$ 0.621 μ g($r=0.9997$, $n=5$),平均加样回收率为 99.5%, $RSD=1.48\%$ ($n=5$)。结论 本品制备工艺简便可行,含量测定快速准确,可用于该制剂的质量控制。

关键词: 复方桂麻泡腾片; 盐酸麻黄碱; 高效液相色谱法

中图分类号: TQ460.6

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2006)08-0829-02

本品为中药制剂,方系桂枝汤方加葛根、麻黄。方中桂枝汤解肌祛风、调和营卫、葛根升津舒经且助解表。临床上用于表实无汗症感冒。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10A 高效液相色谱仪;岛津 SPD-10A 紫外检测器;KQ-500E 型医用超声清洗器(昆山超声仪器有限公司);葛根素对照品由中国药品生物检定所提供;其他试剂均为色谱纯和分析纯。

2 复方桂麻泡腾片的制备

2.1 处方

葛根 480g,麻黄 360g,大枣 360g,桂皮 240g,芍药 240g,甘草 240g,生姜 240g,聚乙二醇 100g,碳酸氢钠 100g,硬脂酸镁适量。

2.2 制法

取麻黄、生姜提取挥发油备用。药渣与其余药物混合水煎煮二次,两次滤液合并,离心去渣,得提取液 20000mL,用 0.45 μ m 的微孔滤膜(3kg 压力下)滤过,再超滤除去分子量大于 50000 的杂质,减压浓缩至 5000mL。喷雾干燥得 250g

干粉。加麻黄、生姜的挥发油混匀,备用。称取聚乙二醇、碳酸氢钠各 100g 作为泡腾片的崩解剂与浸膏颗粒混合均匀,加入硬脂酸镁适量,调至片重 0.35g 压片,每片含生药量 0.7 g。

3 质量控制

3.1 性状

本品为素片,味微苦、辛。

3.2 鉴别

取盐酸麻黄碱对照品适量,用甲醇溶解,制成每 1mL 含 0.4mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法^[1]试验,吸取含量测定项下的供试品溶液与对照溶液,点于用 0.2mol/L 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上;以氯仿—乙醇—环己烷(3:1:1)为展开剂,展开,取出,喷以茚三酮试液,在 105℃ 加热约 10min。供试品色谱中,在与盐酸麻黄碱对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

3.3 检查

应符合片剂项下有关的各项规定^[2]。

3.4 含量测定

本制剂处方葛根为方中主药,而葛根素则又是葛根的主要有效成分,本实验采用高效液相色谱法测定葛根的含量,从而用于控制复方桂麻泡腾片的质量。

3.4.1 色谱条件 Hypersil-C₁₈ 柱(4.6mm × 200mm, 5μm); 流动相: 甲醇-重蒸水(25:75); 流速 0.9mL/min; 紫外检测波长: 250nm; 柱温 30℃。

3.4.2 对照品溶液的制备 精密称取葛根素对照品 6.120mg, 置 10mL 的量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密吸取 1mL, 至 10mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得 0.0612mg/mL 的葛根素对照品溶液。

3.4.3 标准曲线的绘制 精密吸取对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10μL, 在上述色谱条件下重复进样 2 次, 测定峰面积值, 以峰面积平均值和浓度进行回归处理, 得回归方程 $Y = 57266741.521X - 7872.30$, $r = 0.9997$, 表明葛根素在 0.1224 ~ 0.6120μg 之间线性关系良好。

3.4.4 供试品溶液的制备 取本品 3 片, 研细, 精密称取, 置小烧杯中, 第 1 次加入甲醇 20mL, 超声 10min, 过滤至

50mL 量瓶中, 将滤纸及残渣再用 20mL 的甲醇超声 10min, 过滤至同一量瓶中, 定容至刻度。从中精密吸取 7mL, 加甲醇定容到 25mL, 摇匀, 即得。

3.4.5 空白试验 分别取缺葛根的阴性样品溶液、供试品溶液、对照品溶液, 按上述色谱条件测定。测定结果表明空白样在相同位置处无葛根素的色谱峰。

3.4.6 精密度试验 精密吸取浓度为 0.0286mg/mL 的对照品溶液 10μL, 按所选定的条件, 连续重复进样 5 次, 测定结果 RSD 为 1.69%。说明葛根素在该色谱条件下测得的峰面积值稳定性好。

3.4.7 重复性试验 取同一批号样品进行 5 次平行试验, 测得其葛根素的含量结果 RSD = 2.15%。

3.4.8 加样回收率试验 称取复方桂麻泡腾片适量, 研细, 精密称定 5 份, 分别放入小烧杯内, 每个杯中加入葛根素标准液(0.0612mg/mL) 10mL, 再加入甲醇适量, 超声提取 2 次, 每次 20min, 过滤, 合并 2 次滤液, 用甲醇定容至 25mL, 即得 5 份供试液, 按上述色谱条件, 每份进样 10μL, 测定峰面积, 计算加样回收率为 99.5%, RSD 为 1.48%。

3.4.9 样品的含量测定 按照含量测定方法共测定 3 批样品, 测得含量结果分别为 0.3175mg/mL, 0.3099mg/mL, 0.3817mg/mL。

4 讨论

据文献报道^[3] 葛根素的提取方法很多, 较常用的有加热回流法和超声提取法。加热回流法耗时长, 提取杂质较多; 超声提取是利用超声波的波效应和空化作用, 提取杂质较少, 且耗时短, 操作简便。本制剂制备工艺简单可行, 同时质量控制方法准确有效、重现性好。

参考文献

- [1] 中国药典(一部)[M]. 2000: 附录 37-38.
- [2] 中国药典(一部)[M]. 2000: 附录 7-8.
- [3] 张军, 陆兔林, 王琳. 痤疮灵颗粒剂中葛根素的含量测定[J]. 中成药. 2001, 23(8): 569.

收稿日期: 2006-05-15