

二陈颗粒剂的制备及含量测定

★ 陶金成 (广东省深圳市第二人民医院药剂科 深圳 518035)

关键词:二陈颗粒剂;制备工艺;HPLC 法;含量测定;橙皮苷
中图分类号:R 284 文献标识码:A

二陈颗粒剂是由《中国药典》2000 年版一部收载的传统中成药二陈丸经改变剂型而得,由陈皮、半夏、茯苓、甘草 4 味中药组成,具燥湿化痰和理气和胃之功效,主治慢性支气管炎、咳嗽痰多、胸脘胀闷、恶心呕吐。我们将二陈丸改变为颗粒剂,可以提高中药的生物利用度,增加稳定性,有利于工业生产,且服用方便。并采用 HPLC 方法控制颗粒中陈皮苷的含量,方法简便可行,重现性好,可以作为控制产品质量的方法。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10ATVP HPLC 仪;SPD-10AVPUV 检测器;OSDC₁₈柱;ZR 型喷雾干燥制粒机。糊精,河北廊坊糊精厂提供;其他试剂均为分析纯。二陈颗粒剂,自制,批号 20031107,20031110,20031113。

2 制备工艺

2.1 中药浸膏提取 取陈皮 250 g、半夏 250 g、茯苓 150 g、甘草 75 g,加 10 倍量水煮 2 次提取,合并 2 次水提取液,浓缩至 1 000 mL 后,加乙醇使含乙醇量为 65%,放置过夜,过滤,滤液回收乙醇,浓缩至比重 1.3(50℃热测),为中药提取液。

2.2 颗粒制备方法 取处方量的中药提取液置喷雾干燥制粒机,取 900 g 的糊精,以每分钟 150 mL 的速度喷雾干燥制粒,收集颗粒,整粒,包装即得。

3 质量控制

3.1 性状 本品为棕黄色颗粒。

3.2 粒度 照《中国药典》2000 年版一部附录 IC 中粒度检查方法对本品进行粒度检查,结果均小于 8%,符合规定。

3.3 溶化性 溶化性检查法(《中国药典》2000 年版一部附录 IC)进行试验,样品检验结果在 5 分钟内全部溶化,符合规定。

3.4 装量差异 照颗粒剂项下装量差异检查法(《中国药典》2000 年版一部附录 IC)进行试验,样品检验结果均在规定的±5%以内,符合规定。

3.5 含量测定 用高效液相色谱法测定本品中橙皮苷的含量。

3.5.1 色谱条件 OSD_{C18}柱:200 mm×4.6 mm,5 μm;流动相:乙腈-水-磷酸(17:83:0.5)。流速为 1.0 mL/min,理论板数按橙皮苷峰计算不低于 1 500。照上述色谱条件,橙皮苷对照品、制剂中橙皮苷与其他组分均能达到基线分离。

3.5.2 波长选择 精密称取橙皮苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 40 μg 的溶液,置紫外仪中从 200 nm 至 350 nm 处扫描,结果在 284 nm 波长处有一最大吸收。故选择 284 nm 为检测波长。

3.5.3 标准曲线的制备 精密称取橙皮苷对照品 2.01 mg 置 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度。分别取橙皮苷对照品稀释至 120、100、80、60、40 μg/mL,取 20 μL 注入液相色谱仪,记录峰面积,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,回归方程为:Y=16.38X-37.62,r=0.999 6。

3.5.4 精密度实验 精密吸取对照品溶液重复进样 5 次,RSD 为 0.95%。

3.5.5 加样回收率实验 取样品(批号 20031107)分别加不同量的对照品,按含量测定方法进行测定,结果见表 1。

表 1 加样回收率测定结果

样品原有量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
7.82	6.61	14.52	101.4		
6.43	6.55	12.92	99.2		
7.07	7.20	14.30	100.4	99.92	0.97
7.24	7.51	14.71	99.5		
6.88	6.73	13.55	99.1		

3.5.6 对照品溶液的制备 精密称取橙皮苷对照品 2.01 mg 置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度。

3.5.7 供试品溶液的制备 取本品 10 g,研细,精密称取本品细粉 1 g,以甲醇为溶剂,用索氏提取法提取至无色,过滤,水浴浓缩,甲醇定容至 200 mL 量瓶中,摇匀,0.45 μm 的滤膜过滤,即得。

3.5.8 样品测定结果 见表 2。

表 2 橙皮苷平均含量(n=3)

样品批号	橙皮苷平均含量/mg·g ⁻¹	RSD(%)
20031107	15.3	1.02
20031110	16.2	0.98
20031113	15.5	1.10

4 讨论

二陈颗粒剂采用现代制药技术研制,中药颗粒剂提高了中药有效成份的溶散性和溶出速率,特别适应老人和儿童使用。通过 HPLC 方法测定橙皮苷的含量,可控制新产品的质量。

(收稿日期:2003-03-17)