

固冲肠溶片的制备及质量控制

★ 王芳 (广东省江门市中心医院 江门 529000)

关键词:固冲肠溶片;制备;临床观察

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:A

固冲肠溶片的制备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、收敛养血功效。为治疗血崩标本兼顾之剂。

1 处方与制备

1.1 处方 黄芪 200 g、白术 180 g、山茱萸 150 g、白芍 120 g、煅龙骨 200 g、煅牡蛎 200 g、地榆炭 150 g、海螵蛸 120 g、茜草 90 g,制成 1 000 片。

1.2 制备 (1)固冲浸膏粉的制备:采用水提醇沉法,以水为溶媒将上述处方中已粉碎成细粉的药材进行蒸气回流,以 100 ℃ 水提取 2 次,每次 2 小时。然后将提取液浓缩成每 1 mL(相当于药材 1~2 g),药渣再用 75% 乙醇(约处方中生药总量的 3 倍)浸渍 12 小时,恒温回流 2 小时,滤过。将提取的液体浓缩成流浸膏备用,合并浓缩液,进行真空喷雾干燥即成固冲全浸膏粉,然后加适量赋形剂制粒,压片。

(2)肠溶片的制备:将适量聚丙烯酸树脂 II 号、III 号溶解于 95% 乙醇,溶解后加入少量蓖麻油、苯二甲酸二乙酯、滑石粉、肽白粉、食用色素,配成肠溶包衣液,备用。将固冲片心倒入转动包衣锅内转动后,用热风预热至 45 ℃ 时,即可用肠溶包衣液进行喷雾,连续加料,控制流量在 10 mL/min 左右,喷完后继续用热风干燥 5~10 分钟后出料,置干燥器内干燥 8 小时以上,即得固冲肠溶片。

2 质量控制

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。

2.1 实验条件 供试品溶液提取溶媒为以水饱和的正丁醇,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-乙醇-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 520 nm,参比波长 700 nm,扫描速度 20 mm/min,狭缝 1.25 mm×1.25 mm,线性参数 $S_x = 3^{[1]}$ 。

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

匀,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品研匀的内容物约 2 g,精密称定,加水饱和的正丁醇溶液(40,20,20,10 mL)超声 20 分钟提取,离心 20 min/次(5 000 r/min),分开上清液,水浴上蒸干,残渣加 1% 氢氧化钠溶液 10 mL 分次溶解,移至 D101 大孔吸附树脂 100 mL 洗脱,弃去,再用正丁醇饱和的水洗至中性,后用 30% 乙醇 50 mL 洗脱,弃去,继用 70% 乙醇 100 mL 洗脱,收集洗脱液,水浴上蒸干,加甲醇溶液定容至 1 mL,作为供试品溶液。

2.4 线性关系 精密吸取对照品溶液 2.0,4.0,6.0,8.0,10.0 μ L 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 5~8 分钟,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: $Y = 7\,216.51 + 12\,065.35X$, $r = 0.999\,4$ 。

2.5 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,结果黄芪甲苷平均峰面积为 31 875.236, $RSD = 1.91\%$,每隔 15 分钟测定一次,结果 1.5 小时内基本稳定。

2.6 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%, $RSD = 1.61\%$ 。

2.7 样品测定 精密吸取对照品溶液 2.0 μ L 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%。

参考文献

[1] 杨凤梅. 九味心脑康胶囊中黄芪甲苷和人参皂苷的定量分析[J]. 中成药, 2003, 24(3): 186

(收稿日期:2006-06-13)