

橘红袋泡剂质量标准的研究

蒋士生 李跃辉 张良中 杨永华(湖南省中医药研究院 长沙 410006)

橘红袋泡剂是由橘红丸^[1]剂改而成,药效学试验表明本品具有祛痰、止咳、抗炎作用,适用于慢性支气管炎(痰热型)。该药已作为医院制剂形成批量生产,为了保证制剂质量,进行了质量标准的研究。

1 仪器与试药

LC-6A 高效液相色谱仪(日本岛津), CR-6A 数据处理机。SPD-2A 紫外检测器。

橘红袋泡剂由本院剂改室自制。甲醇为优级醇。其他试剂均为分析纯。对照品均由中国药品生物制品检定所购入。

2 实验内容

2.1 薄层鉴别

2.1.1 橙皮甙 取本品 10g,加甲醇 50ml,水浴回流 20min,滤过,滤液浓缩至约 1ml,作为供试品溶液。取陈皮药材 2g 与缺陈皮袋泡剂 1 包,同法制备对照药材溶液与缺陈皮样品溶液。另取橙皮甙对照品加甲醇制成 0.5mg/ml 对照品溶液。吸取上述四种溶液各 4 μ l,分别点于同一硅胶 G(含 0.5% NaOH)薄层板上,以 S-1:醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13);S-2:甲苯-醋酸乙酯-甲醇-水(20:10:1:1)上层溶液为展开剂,上行展开,第 1 次 3cm,第 2 次 8cm,取出,晾干,喷以 AlCl₃ 乙醇溶液,热风吹至斑点清晰,置紫外灯(365nm)下检视。供试品在与对照品相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图 1。

2.1.2 贝母素甲、乙 取本品 10g,加浓氨液及氯仿 40ml,放置过夜,滤过,滤液蒸干,加氯仿溶解,浓缩至约 1ml,作为供试品溶液。取浙贝母药材 2g 与缺浙贝母袋泡剂 10g,同法制备对照药材溶液及缺浙贝母样品溶液,另取贝母素甲、乙加氯仿分别制成

1mg/ml 的对照品溶液。吸取上述五种溶液各 3 μ l~6 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-甲醇-浓氨液(17:2:1)为展开剂,上行展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试剂,日光下观察。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。见图 2。

2.1.3 甘草次酸 取本品 10g,研细,加盐酸 2ml 和氯仿 30ml,回流 1h,放冷,滤过,滤液蒸干,加氯仿溶解,浓缩至约 1ml,作为供试品溶液。取甘草粉末 2g 及缺甘草袋泡剂 10g,同法制备对照药材溶液和缺甘草样品液。另取甘草次酸加氯仿制成 1mg/ml 的对照品溶液。吸取上述四种溶液各 3 μ l~5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30℃~60℃)-苯-醋酸乙酯-冰醋酸(10:20:7:15)为展开剂,展开,取出,晾干,喷 10% 磷钼酸乙醇溶液,105℃ 加热至斑点清晰,日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上显相同颜色的斑点。见图 3。

2.2 含量测定^[2,3]

2.2.1 色谱条件 色谱柱 C₁₈ (4×150mm);柱温 30℃;纸速 1mm/min;流动相 水-醋酸-甲醇(63.5:6.5:30);检测波长 283nm。

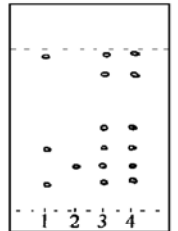


图 1 陈皮的 TLC
1. 阴性 2. 橙皮甙对照品
3. 陈皮药材
4. 袋泡茶

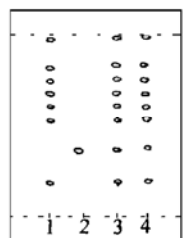


图 2 甘草的 TLC
1. 阴性 2. 甘草次酸对照品
3. 甘草药材
4. 袋泡茶

2.2.2 供试品溶液的制备与测定 取本品约 5g,精密称重,置索氏提取器中,加石油醚(60℃~90℃)50ml,置水浴上加热回流 2h~3h,弃去石油醚;药渣加甲醇 50ml,置水浴上加热回流 3h,至提取液无色,滤过,滤液回收甲醇至小体积,并移至 10ml 量瓶中,稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,

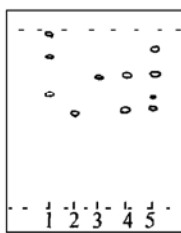


图 3 浙贝母的 TLC

1. 阴性 2. 贝母素甲对照品 3. 贝母素乙对照品 4. 浙贝母药材 5. 袋泡剂

置 5ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。另取五氧化二磷真空干燥至恒重的柚皮甙对照品约 1.5mg,精密称定,置 10ml 量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,制成 0.15mg/ml 的柚皮甙对照品溶液。照高效液相色谱法(《中国药典》1995 年版一部附录 37 页)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填料,以水-醋酸-甲醇(63.5 : 6.5 : 30)为流动相,283nm 处测定。

本品含化橘红,按柚皮甙(C₂₇H₃₂O₁₄)计算,不得低于 0.06%。

2.2.3 标准曲线的绘制 在前述色谱条件下,于高效液相色谱仪上依次进样 2.5,5,10,15,20μl 柚皮甙对照品溶液,绘制标准曲线,呈线性关系,回归方程:Y=1134.46x-66191,相关系数 r=0.9992。

2.2.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液 10μl,重复进样 5 次,柚皮甙峰面积积分值的相对标准偏差 RSD=0.62%。

2.2.5 重现性试验 取同一批样品,照前述方法操作,测定 5 份, \bar{x} = 0.104%, RSD = 1.62%。

2.2.6 稳定性试验 取供试品溶液,按前述方法测定其含量为 0.101%(批号 941123),室温放置 3d,每天测定 1 次,结果 \bar{x} = 0.102%, RSD=0.98%,说明稳定性较好。

2.2.7 回收率试验 采用加样回收法,取已知含量的橘红袋泡剂约 1g,共 5 份,分别精密加入 1.00mg 柚皮甙对照品,同前操作,进样分析,结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

编号	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x} (%)	RSD (%)
1	1.01	1.00	1.9663	95.63		
2	1.02	1.00	1.9674	94.74		
3	0.99	1.00	1.9458	95.58	94.21	1.82
4	1.01	1.00	1.9458	93.58		
5	1.02	1.00	1.9354	91.54		

2.2.8 空白试验 按处方量自制空白样品,按样品测定操作,经测定空白不存在干扰。

2.2.9 三批样品测定结果 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,按前述色谱条件操作,结果见表 2。

表 2 三批样品含量测定 (%)

批号	941203	941209	941215
含量(n=3)	0.101	0.104	0.110
RSD(%)	0.78	0.53	0.42

3 讨论

临床选择慢性支气管炎痰热型作为观察对象,共观察 89 例,其中橘红袋泡剂组 46 例,总有效率 93.48%,显效率 47.82%,橘红丸组 43 例,总有效率 88.37%,显效率 20.93%,结果表明袋泡剂疗效明显,质量稳定。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典. 一部. 北京:人民卫生出版社,1990. 54
- 2 黄美声,周珍诚. 橘红中柚皮甙的含量测定. 中草药,1984,15(5):14
- 3 黄美声,沈玉刚. 反相高效液相色谱法测定橘红中柚皮甙的含量. 中草药,1990,21(5):15

(收稿:1997-09-15)