

天然澄清剂在痛经宝冲剂工艺中的应用

张金英, 李长春(河南省宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

中图分类号: R283.2 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(1999)06-0015-02

痛经宝冲剂由红花、元胡、丹参、当归、五灵脂、木香等组成。具有温经化瘀,理气止痛的作用。用于妇女痛经,月经不调。该制剂原澄清工艺为醇沉法(原工艺)。笔者参考 ZTC1+1 天然澄清剂在中药制剂中多有成功的应用,首次尝试将 ZTC1+1 天然澄清剂用于痛经宝冲剂澄清工艺(新工艺)以代替醇沉法,达到了很好的澄清效果。

1 材料与仪器

ZTC1+1 天然澄清剂(天津正天成澄清技术有限公司)。延胡索乙素、原儿茶醛、阿魏酸对照品,木香对照药材(中国药品生物制品检定所)。硅胶 G(青岛海洋化工厂)。所用试剂均为分析纯。美国 HP1100 高效液相色谱仪。

2 方法与结果

2.1 样品的制备 醇沉法(原工艺) 药材加水煎煮 2 次,合并煎煮液,浓缩至与生药的比例为 1:2,加入 95%乙醇至含醇量为 60%,冷藏 24h 后过滤。滤液回收乙醇,浓缩至稠膏状(相对密度 1.35 以上),加入辅料,制成冲剂,作为样品 I。

ZTC1+1 澄清剂法(新工艺) 药材加

水煎煮 2 次,合并煎煮液,浓缩至与生药比例 1:1,加入 0.5% ZTC1+1 天然澄清剂充分搅拌后,自然沉降 2h,取上清液煮沸数分钟,滤过,滤液浓缩至稠膏状(相对密度 1.35 以上),加入辅料制成冲剂,作为样品 II。

2.2 干粉收率比较 取药材按上述两种方法分别制备稠膏并干燥,称定重量,计算收率。见表 1 结果。可见新工艺干粉收率小于原工艺。

表 1 两种方法干粉收率比较

方法	干粉量(g)	收率(%)
原工艺	10.91	11.2
新工艺	9.17	9.4

注:以上数值均为 3 批样品的平均值

2.3 样品的质量检测

2.3.1 当归的 TLC 检识 薄层板:硅胶 G;展开剂:苯-氯仿-甲醇(2:2:1);显色:置紫外光灯(365nm)下检识。见图 1。

2.3.2 丹参的 TLC 检识 薄层板:硅胶 G;展开剂:氯仿-丙酮-甲酸(8:1:0.4);显色:10%三氯化铁乙醇溶液。见图 2。

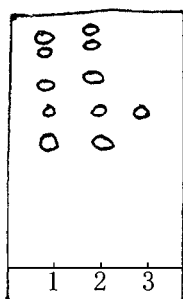


图1 当归薄层色谱图

1. 样品I
2. 样品II
3. 阿魏酸对照品

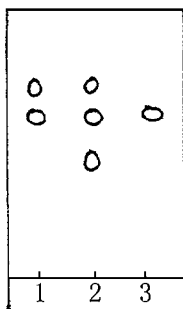


图2 丹参薄层色谱图

1. 样品I
2. 样品II
3. 原儿茶醛对照品

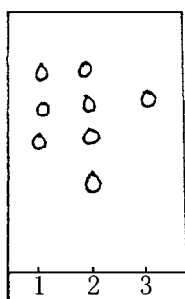


图3 元胡薄层色谱图

1. 样品I
2. 样品II
3. 延胡索乙素对照品

2.3.3 元胡的TLC检识 薄层板: 硅胶G; 展开剂: 正丁醇-氯仿-甲醇(7.5: 4: 1); 显色: 置碘蒸气中熏。见图3。

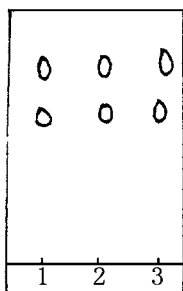


图4 木香薄层色谱图

1. 样品I
2. 样品II
3. 木香对照药材

2.3.4 木香的TLC检识 薄层板: 硅胶G; 展开剂: 环己烷-丙酮(10: 3); 显色: 5%香草醛硫酸溶液热风吹至斑点显色清晰。见图4。

2.3.5 延胡索乙素的含量测定

精密称取干燥至恒重的延胡索乙素对照品 0.016g, 用甲醇定容于 100ml 容量瓶中, 摇匀作为对照品溶液; 精密称取样品 10g, 加蒸馏水 50ml 溶解, 加浓氨水 2.0ml 摇匀, 用乙醚提取 3 次, 每次 20ml, 合并提取液, 用 2% 盐酸液 20ml 分 3 次萃取, 酸水层用少量乙醚洗涤后, 用浓氨水调 pH 至 9, 再用乙醚萃取 3 次, 每次 20ml, 合并乙醚液, 用饱和氯化钠溶液 10ml 洗涤 1 次。回收乙醚, 残渣用甲醇定容于 10ml 容量瓶中, 摇匀, 作为供试品溶液。精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5 μ l, 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积, 计算结果见表 2。

表2 延胡索乙素含量测定结果(mg/g)

样品	原工艺	新工艺
1	0.064	0.091
2	0.058	0.086
3	0.066	0.097
平均	0.063	0.091

2.4 稳定性考察 将两种工艺制成的冲剂, 室温放置 2 年, 考察其溶化性及质量检查, 结果表明, 两种工艺制得的冲剂均符合规定。

3 小结与讨论

3.1 以上试验表明, TLC1+ 1 天然澄清剂可替代醇沉法用于痛经宝冲剂的制备, 其产品质量稳定, 且降低了生产成本, 缩短了生产周期。

3.2 经澄清效果及澄清剂在药液中是否有残留考察和质量检测试验, 证明 TLC1+ 1 澄清剂在痛经宝冲剂制备中的最佳用量为药液量的 0.5%。同时也对加入澄清剂后的沉降时间进行了考察, 结果自然沉降 2h 药液完全澄清透明。

(收稿日期: 1999-05-13)

《中国药品检验文摘》是从事药检人员的必备工具书。它汇集所有医药方面期刊(包括公开刊和内刊)、报纸上所载的药品检验方面的文献资料。以药检所、药厂质检科及化验室、研究院(所)药物分析室、大专院校药物分析及中药鉴定教研室、医院药剂科及药政管理等工作人员为服务对象。开辟栏目有: 药政管理(药品检验与监督), 中药材鉴定与鉴别, 中、西药及其制剂的分析与检验, 药物的血药浓度测定, 生物利用度与生物等效性, 药品质量标准与质量控制, 药品卫生学检验, 分析方法介绍与综述, 药检新书介绍。同时可提供数据库和光盘服务。联系地址: 北京西城区北礼士路甲 38 号国家药品监督管理局信息中心, 邮编: 100810 联系电话: (010) 68350889 或 68311976 转编辑部