

取本品,按上法操作,至 30min 时取样测定,结果见表 2。

表 1 溶出度的均一性试验结果

序号	累积溶出百分率(%)					
	2	5	10	20	30	45(min)
1	11.25	31.62	69.23	93.82	96.32	95.93
2	13.41	33.82	68.75	98.24	98.65	99.53
3	12.83	37.15	70.67	97.78	96.91	98.50
4	14.14	36.25	76.92	93.45	95.61	96.23
5	12.83	35.88	77.21	98.53	100.31	99.87
6	13.30	38.52	75.86	95.51	97.63	98.51
平均值	12.96	35.54	73.11	96.22	97.57	98.10
SD	0.96	2.47	3.97	2.27	1.70	1.66
RSD(%)	7.40	6.94	5.43	2.36	1.74	1.69

表 2 样品溶出度测定结果(%)

批号	1	2	3	4	5	6
960401	89.25	88.82	96.23	94.51	96.87	100.32
960402	94.43	97.12	89.27	91.26	94.25	98.34
960403	94.91	92.80	94.83	96.34	92.49	101.12
960524	96.08	97.03	96.91	95.57	100.32	98.12
960525	92.49	90.38	96.80	97.49	95.24	99.81

三、讨论

1. 本文采用的方法简便、灵敏、准确,回收率及线性关系均较好。用本法对某药厂试产的 5 批样品进行测定,30min 取样测得的溶出度均不低于 75%。

2. 本胶囊剂中未加辅料,有可能对溶出度测定产生干扰的只有空胶囊,故本实验只考虑空胶囊对测定的干扰情况。

3. 测定的溶剂曾选用过水和磷酸盐缓冲液(pH7.0 及 pH5.0 两种),但这些溶剂对

主药的溶解度均达不到溶出度测定要求。最后选用盐酸液(0.1mol/L),测定效果良好。选用转篮法则是为了避免用浆法测定时经常出现的胶囊上浮问题。转速曾试过用 100r/min,但对同批样品的测定结果与用 75r/min 时基本一致,故选用较低的 75r/min。

参考文献

- [1]江一帆编.世界最新药物手册.第 1 版.北京:中国医药科技出版社,1994:98
- [2]中国药典 1995 年版.二部,1995:附录 18
- [3]中国药典 1995 年版.二部,1995:附录 66

双香珍药膏透皮制剂的质量研究

张 鹏 闫雪莹 李 春 金贞顺*

(黑龙江中医药大学药学院 哈尔滨 150040)

摘要 双香珍药膏是新研制的中药经皮给药制剂,本文针对所用基质采用不同方法进行了含量测定的考查,结果用醋酸乙酯超声提取法方法易行,并考查了方法学和含量测定。

关键词 透皮给药制剂;含量测定;冰片;气相色谱

本室经多年对经皮给药制剂的研究,研

用聚丙烯酸树脂加入其他辅料制成长效体外给药的中药制剂,其中双香珍药膏已批准生

* 绥化地区药检所

产,用于前列腺增生的治疗。本文对其中的质量进行了方法学考察。

体外给药系统是利用传统医学的穴位贴敷内病外治,所用辅料有较大粘性,为含量测定带来了困难。本品的辅料既有水溶性又有一定脂溶性,温度较高时自身溶化,且有粘性。

本品中含有冰片,通常采用水蒸气蒸馏的方法测定含量,但本品不宜用此法,由于工艺特别,虽回收率较好,但所测含量较低,用硅藻土拌匀后,用氯仿、异丙醇、无水乙醇、醋酸乙酯等索氏提取器回流提取,提取液粘牲大,测得误差较大,最后用醋酸乙酯,低温超声提取,发现效果较好。

提取液用气相色谱法测定选用 SE-30、OV-17 柱分离不佳,OV-101 柱分离效果较好,但实际应用中有困难,改用 PEG-20M 填充柱。

一、仪器与试剂

岛津 GC-9A 气相色谱计,色谱柱:柱长 2 米、PEG-20M 为固定相,涂布浓度 9%。超声波清洗器。所用试剂均为分析纯,供试品为本室自制,冰片对照品为东北林业大学郭廷翘教授惠赠(英国产,纯度 99% 以上)。

表 1 不同测定方法比较(n=3)

	水蒸气蒸馏法	超声提取法			
		氯仿	异丙醇	乙醇	乙酸乙酯
含量(mg/g)	12.33±0.04	11.42±0.09	12.34±0.09	9.83±0.11	14.4±0.03
回收率	98.24	89.44	96.42	92.43	97.32

(五)含量测定

取本品,除去盖衬(另测含膏量),精密称定,置具塞烧瓶中,加醋酸乙酯 20ml,浸泡过

液,超声提取 15min,共提取 5 次,移至 100ml 量瓶中,加醋酸乙酯稀释至刻度,混匀,吸取 2ml 注入色谱计中,从标准曲线上读取含量。

表 2 不同批号样品的含量的测定(n=3)

	批号			
	940809	940822	940823	940921
含量(mg/g) $\bar{x} \pm RSD$	14.4±0.03	15.2±0.03	14.5±0.02	13.8±0.02

三、讨论

本品中加入冰片量较大,但测得结果很小,说明本品在制备、存贮过程中由于冰片的

二、实验与结果

(一)测定条件及系统适用性

柱温 130℃,进样口温度 250℃,进样量 2ml。检测器:FID,氢气流速 50ml/min,空气流速 500ml/min,记录仪为岛津 C-R3A。

以异龙脑峰计算理论塔板数 2500 以上,能分离龙脑和异龙脑峰,阴性品无干扰。

(二)线性范围考察

取对照品约 50mg 精密称定,置 10ml 量瓶中,加入醋酸乙酯溶解并稀释至刻度,混匀。精密吸取 0.5,1.0,1.5,2.0,2.5ml,分别置 5 个 5ml 量瓶中,用醋酸乙酯稀释至刻度,混匀。各吸取 2ml,柱入气相色谱计中,以龙脑和异龙脑峰面积之和为纵坐标,以进样量为横坐标计算。结果线性关系良好。回归方程为: $y = 21178x - 988 (r = 0.9998)$

y - 峰面积之和, x - 进样量(μg)

(三)精密度测定

重复注入多次对照品溶液,测定精密度,结果精密度良好(n=6, RSD=1.89%)。

(四)回收率测定

不同提取方法的含量及回收率测定结果比较(见表 1)。

挥发性有散失现象,需另测定其他成份以证明其工艺的合理性。