



便舒通颗粒的长期稳定性试验研究

黄 红, 万军梅, 覃 宇

(武汉职业技术学院 生物工程学院, 湖北 武汉 430074)

摘 要: 通过对便舒通颗粒进行长期稳定性试验研究, 考察其在常温下的稳定状况及确定其有效期。方法: 采用长期试验方法对便舒通颗粒进行稳定性试验^[1]。结果: 经过试验, 各项检测指标均在规定范围内。结论: 便舒通颗粒性质稳定, 在常规包装下质量稳定, 试验研究为储存和使用提供了有用依据。

关键词: 便舒通颗粒; 黄芪甲苷; 长期稳定性

中图分类号: R285

文献标识码: A

文章编号: 1671-931X (2015) 05-0094-03

94

武汉职业技术学院学报二〇一五年第十四卷第五期(总第七十九期)

便舒通颗粒是武汉职业技术学院生物工程学院制药技术教研室以中医药学理论和经验以及现代药理研究成果为依据, 在传统汤剂的基础上, 结合老年便秘病情特点进行剂型改革研制而成, 本药主要成分为: 黄芪、何首乌、麦冬、白术、山药、熟地、枳壳等名贵中药, 具有益气补肾养血, 润肠通便的功能^[2], 适用于中老年人以及病后之虚性便秘。方中黄芪主健脾, 补中益气, 治脾虚泄泻为君药, 含黄芪甲苷成分。本试验采用 HPLC 法对黄芪甲苷含量进行测定, 作为本颗粒质量标准主要控制指标。为了保证该制剂的安全有效, 我们对其进行了长期稳定性试验研究, 对其性状、微生物限度、干燥失重、粒度等指标也进行了观察, 观察时间为 18 个月, 以验证产品质量的稳定性及确定制剂的有效期^[3]。

一、仪器与试药

高效液相色谱仪 (岛津 LC-20A), 100ul 微量注射器, 分析天平, 台式鼓风干燥箱及标准筛。

黄芪甲苷对照品 (中国食品药品检定研究院 批号

110781-201314), 便舒通颗粒 (制药教研室自配, 批号: 20131110、20131111、20131112), 色谱用甲醇、磷酸为色谱纯, 色谱用水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。

二、方法和结果

三批便舒通颗粒外包装为纸盒, 内包装为高真空塑料镀铝复合袋, 每袋 10 克, 置于温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $60\% \pm 10\%$ 的条件下放置, 分别于 0、3、6、9、12、18 个月进行检测。

(一) 性状、微生物的检测

本品为纯中药制剂, 外观性状为黄棕色颗粒, 气香、味微苦, 样品微生物限度检查按照《中华人民共和国药典》2010 版一部附录 XIII 所载方法进行, 要求细菌 (个/g) < 1000 , 霉菌 (个/g) < 10 , 不得检出大肠杆菌和活螨。

(二) 干燥失重、粒度检测

1. 干燥失重的测定

样品干燥失重检查根据《中华人民共和国药典》2010 版一部附录制剂通则中颗粒剂【干燥失重】项下规

收稿日期: 2015-09-29

基金项目: 武汉职业技术学院校级科研项目“便舒通颗粒制备工艺研究探讨” (项目编号: 2013YK780)。

作者简介: 黄红 (1967-), 女, 湖北武汉人, 武汉职业技术学院生物工程学院高级工程师, 研究方向: 药物制剂、药物分析; 万军梅 (1969-), 女, 湖北武汉人, 武汉职业技术学院生物工程学院制药技术教研室主任, 教授, 研究方向: 药理、天然药化; 覃宇 (1979-), 女, 土家族, 湖北恩施人, 武汉职业技术学院生物工程学院副教授, 研究方向: 仪器分析、药物分析。

定:除另有规定外,照干燥失重测定法(附录 VIII L)测定,于 105℃下干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%。

取供试品,混合均匀,取约 1g,置于供试品同样条件下干燥至恒重的扁形称量瓶中(供试品平铺厚度不可超过 5mm),精密称定。于 105℃下干燥,干燥时,应将瓶盖取下,置称量瓶旁,或将瓶盖半开,取出时须将瓶盖盖好。干燥后从烘箱中取出,置干燥器中,放冷至室温(约需 30~60 分钟),再精密称定重量。称定后的供试品按以上重复操作,直至恒重。计算样品减失重量百分比。

2.粒度的测定

样品粒度检查根据《中华人民共和国药典》2010 版一部附录制剂通则中颗粒剂【粒度】项下规定:除另有规定外,照粒度和粒度分布测定法(附录 IX E 第二法)检查,不能通过一号筛和能通过五号筛的总和,不超过供试量的 15%。

取供试品 5 袋,称定重量,置一号药筛中(筛下有密合的接受容器),盖好筛盖,保持水平状态过筛,左右往返,边筛边拍打 3 分钟。取不能通过一号筛和能通过五号筛的颗粒及粉末,称定重量,计算其百分率。

(三)黄芪甲苷的含量测定

1.色谱条件与系统适应性试验

用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;甲醇-水-磷酸(50:50:0.3)为流动相;检测波长为 280nm。理论塔板数按黄芪甲苷计算,应不低于 2500。

2.对照品溶液的制备

精密量取干燥至恒重的黄芪甲苷对照品,加甲

醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液,即得。

3.供试品溶液的制备

取本品 15g,研细,加甲醇 150ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水 30ml 使溶解,滤过,滤液用石油醚提取 3 次,每次 15ml,弃去石油醚液,水层用水饱和正丁醇提取 3 次,每次 20ml,合并正丁醇提取液,再用 10%氨水洗涤 2 次,每次 60ml,分取正丁醇液蒸干^[4],残渣加甲醇 2ml 使溶解,精密量取 1ml,置 10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

4.测定法

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。本品每 1 克含黄芪甲苷不低于 0.02mg。

(四)长期稳定性试验研究观察结果

根据上述方法,我们对便舒通颗粒完成 18 个月的长期稳定性试验观察。具体检测结果见表 1。

由表 1 可见,三批便舒通颗粒经 18 个月长期稳定性试验观察,其性状、微生物限度、干燥失重、粒度及含量指标均无较大变化,各项指标均符合规定。

三、讨论

长期试验结果表明,便舒通颗粒采用常规包装,置于 25℃±2℃、RH60±10%条件下贮藏 18 个月,经考察外观性状、微生物限度、干燥失重、粒度与含量指标结果与 0 月结果比较,基本无变化,说明本品在此条件下放置 18 个月,质量稳定,该制剂有效期可初步定为 18 个月。

表 1 长期稳定性试验观察检测结果

批号	贮存时间 (月)	考察项目				
		性状	微生物检查	干燥失重(%)	粒度检查(%)	黄芪甲苷含量 mg/g
20131110	0	黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.2	3.5	0.0315
20131111		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.0	3.3	0.0334
20131112		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.0	3.6	0.0327
20131110		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.3	3.7	0.0328
20131111	3	黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.1	3.4	0.0316
20131112		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.1	3.5	0.0330
20131110		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.3	3.4	0.0295
20131111		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.1	3.6	0.0301
20131112	6	黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.2	3.3	0.0305
20131110		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.5	3.3	0.0293
20131111		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.3	3.5	0.0321
20131112		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.3	3.6	0.0314
20131110	9	黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.5	3.6	0.0289
20131111		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.3	3.2	0.0299
20131112		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.4	3.4	0.0311
20131110		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.6	3.4	0.0290
20131111	12	黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.4	3.3	0.0296
20131112		黄棕色颗粒,气香、味微苦	合格	1.4	3.5	0.0288

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 附录 199-201.
- [2] 吴步炳. 中药益气养血滋阴润肠法治疗老年慢性功能性便秘临床观察 [J]. 现代中西医结合杂志, 2009, 18(17):

2015-2016.

- [3] 施路宁, 胡斯, 王小洁, 等. 复方逍遥合剂的长期稳定性评价[J]. 世界临床药物, 2010, (10).
- [4] 刘兵, 宋杜武, 刘道芳. 益气通便的质量标准研究[J]. 中草药, 2005, (增刊): 108-111.

[责任编辑: 郭 群]

Experiment Studies on the long-term stability of the He Tong Shu particles

HUANG Hong WAN Jun-mei QIN Yu

(Biology Engineering Department, Wuhan Polytechnic, Wuhan 430074, China)

Abstract: Objective: The stability of the He Tong Shu particles in room temperature was investigated and its validity period was confirmed by long-term stability experiments. Methods: the stability of the He Tong Shu particles was tested by long-term experiments. Results: All the detection indexes were within the specified range after testing. Conclusions: The properties and the quality of Tong Shu particles in conventional packaging is stable. Experiment re-searches provided a useful basis for the storage and use of the He Tong Shu particles.

Key words: He Tong Shu particles; Astragaloside IV; long-term stability

(上接第 78 页)

The Research and Application on the Score Management at Universities Based on Data Mining Technology

ZHU Li-li

(Teaching Affairs Office, Jingling Institute of Technology, Nanjing 211169, China)

Abstract: At present, the system of the student score management in most college can only store students' scores for inquiries and statistics. For the credit system and selecting courses, the system of the score management is need to be improved. After the construction of data warehouse, data mining tools can be utilized to analyze the potential relationship between courses and scores and the major factors, which supplies an important foundation to suitable teaching management, helps to make the reasonable and scientific management decision, Meanwhile it provides better services to students and teachers and enhances the overall competitive power of a college.

Key words: data mining; student score; relevant analysis; frequent item sets

(上接第 80 页)

- [J]. 材料科技与设备, 2014, (4): 76-78.
- [2] 叶玉春. 喷丸强化对汽车离合器膜片弹簧疲劳寿命影响的实验研究[J]. 机械工程师, 2009, (07): 46-47.

- [3] 朱茂桃, 夏长高, 高翔. 膜片弹簧疲劳断裂的试验分析[J]. 汽车工程, 2001, (2): 139-142.

[责任编辑: 詹华西]

Cause analysis of Diaphragm Spring

CHENG Ji-hao LIU Wen-bin WANG Jun-lin LIU-Min

(Research and Development Center of Wuhan Iron and Steel(Group)Steel Co., Wuhan 430080, China)

Abstract: According to the phenomenon of 50CrVA diaphragm spring cracking, this paper tries to find out the reasons that observing the carking sample by metallographic microscope and SEM. It shows that, at the time of working the outer circular of the diaphragm spring, micro-cracks appeared on the edge, then during heat treatment, early cracking site was oxidized, at last it was instability cracking at the time of elastic detection.

Key words: diaphragm spring; oxid; crack