



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106198781 A

(43)申请公布日 2016.12.07

(21)申请号 201610486649.8

(22)申请日 2016.06.24

(71)申请人 广西灵峰药业有限公司

地址 542800 广西壮族自治区贺州市鞍山
西路68号

(72)发明人 廖展苇 丘伟业 周凯华 陈辉

(74)专利代理机构 贵阳派腾阳光知识产权代理
事务所(普通合伙) 52110

代理人 管宝伟

(51) Int. Cl.

G01N 30/02(2006.01)

A61K 36/855(2006.01)

A61K 9/28(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种复方穿心莲片的生产质量控制方法

(57)摘要

本发明公开了一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,该方法包括生产控制方法、质量控制方法;通过对复方穿心莲片有效成分进行定量检测,从而实现对其产品质量的有效控制,保证其品质的稳定和使用的安全、有效。

1. 一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,其特征在于:该方法包括生产控制方法、质量控制方法;

生产控制方法

取穿心莲60g,粉碎成细粉,备用;取穿心莲540g、路边青1400g加水煎煮二次,第一次1.5h,第二次1.5h,合并煎液,静置,滤过,滤液浓缩成相对密度为1.26-1.32,温度为70℃的清膏,加入穿心莲细粉,混匀,加辅料制成颗粒,压制成1000片,包糖衣,即得;

质量控制方法:

a、检测条件:依据高效液相色谱法测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以体积比为55:45的甲醇-水为流动相,检测波长为250nm;

b、供试品溶液制备:取复方穿心莲20片,去糖衣研细,精密称定取1.2g,精密加入甲醇50mL,称定重量,浸渍30min,超声处理(功率80W,频率50Hz)30min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减少的重量,摇匀,过滤,取滤液20mL加在中性氧化铝柱上,用25mL甲醇洗脱,用50mL量瓶收集洗脱液,并加甲醇至刻度,摇匀、过滤;

c、对照品溶液制备:精密称取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品适量,分别加甲醇制成每1mL含穿心莲内酯50 μ g、含脱水穿心莲内酯100 μ g的溶液;

d、测定:精密吸取上述两种对照品溶液、供试品溶液各10mL,分别注入液相色谱仪进行测定。

2. 据权利要求1所述的一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,其特征在于:所述步骤a中理论板数按穿心莲内酯峰计 \geq 4000。

3. 据权利要求1所述的一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,其特征在于:所述步骤b的中性氧化铝柱制备方法为中性氧化铝过200-300目筛,取5g填入口径为1.5cm的柱内。

4. 据权利要求1所述的一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,其特征在于:所述复方穿心莲片每片含穿心莲以穿心莲内酯(C₂₀H₃₀O₅)和脱水穿心莲内酯(C₂₀H₂₈O₄)的总量计 \geq 1.0mg。

一种复方穿心莲片的生产质量控制方法

技术领域

[0001] 本发明涉及药物的生产质量控制方法领域,具体涉及一种复方穿心莲片的生产质量控制方法。

背景技术

[0002] 复方穿心莲片具有清热解毒,利湿的作用,常用于风热感冒,咽喉疼痛,湿热泄泻。作为人们日常生活必备的药品,其主要有效成分为路边青、穿心莲,路边青全草可入药,有祛风、除湿、止痛、镇痉之效;穿心莲具有解热作用、抗炎作用。

[0003] 《卫生部药品标准》(卫生部药典委员会.中华人民共和国卫生部药品标准.中药成方制剂(十九册).1998.116),标准编号为WS3-B-3624-98对复方穿心莲片的有效成分进行了鉴别,但针对于复方穿心莲片的穿心莲含量仍缺乏相应的标准,难以对其含量进行精准的测定以保证效果。因此,目前尚缺少一种操作简便、快速、准确的复方穿心莲片检测方法。

发明内容

[0004] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种复方穿心莲片的生产质量控制方法。

[0005] 本发明是通过以下技术方案予以实现的:

[0006] 一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,该方法包括生产控制方法、质量控制方法;

[0007] 生产控制方法

[0008] 取穿心莲60g,粉碎成细粉,备用;取穿心莲540g、路边青1400g加水煎煮二次,第一次1.5h,第二次1.5h,合并煎液,静置,滤过,滤液浓缩成相对密度为1.26-1.32,温度为70℃的清膏,加入穿心莲细粉,混匀,加辅料制成颗粒,压制成1000片,包糖衣,即得;

[0009] 质量控制方法:

[0010] a、检测条件:依据高效液相色谱法(《中国药典》2015年版第一部附录VI D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以体积比为55:45的甲醇-水为流动相;检测波长为250nm;

[0011] b、供试品溶液制备:取复方穿心莲20片,去糖衣研细,精密称定取1.2g,精密加入甲醇50mL,称定重量,浸渍30min,超声处理(功率80W,频率50Hz)30min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减少的重量,摇匀,过滤,取滤液20mL加在中性氧化铝柱上,用25mL甲醇洗脱,用50mL量瓶收集洗脱液,并加甲醇至刻度,摇匀、过滤;

[0012] c、对照品溶液制备:精密称取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品适量,分别加甲醇制成每1mL含穿心莲内酯50 μ g、含脱水穿心莲内酯100 μ g的溶液;

[0013] d、测定:精密吸取上述两种对照品溶液、供试品溶液各10mL,分别注入液相色谱仪进行测定。

[0014] 所述步骤a中理论板数按穿心莲内酯峰计 \geq 4000。

[0015] 所述步骤b的中性氧化铝柱制备方法为中性氧化铝过200-300目筛,取5g填入口径为1.5cm的柱内。

[0016] 所述复方穿心莲片每片含穿心莲以穿心莲内酯($C_{20}H_{30}O_5$)和脱水穿心莲内酯($C_{20}H_{28}O_4$)的总量计 ≥ 1.0 mg。

[0017] 本发明的有益效果在于:采用本发明对复方穿心莲片中穿心莲的含量采用高效液相色谱法进行测定,使得出的结果更准确度,且快速灵敏,具有良好的重现性、精密度和回收率,能有效的控制产品的质量,保证其效果。

具体实施方式

[0018] 以下结合实施例对本发明的技术方案作进一步描述,但要求保护的范围并不局限于所述。

[0019] 一种复方穿心莲片的生产质量控制方法,该方法包括生产控制方法、质量控制方法;

[0020] 生产控制方法

[0021] 取穿心莲60g,粉碎成细粉,备用;取穿心莲540g、路边青1400g加水煎煮二次,第一次1.5h,第二次1.5h,合并煎液,静置,滤过,滤液浓缩成相对密度为1.26-1.32,温度为70℃的清膏,加入穿心莲细粉,混匀,加辅料制成颗粒,压制成1000片,包糖衣,即得;

[0022] 质量控制方法:

[0023] 依据高效液相色谱法(《中国药典》2015年版第一部附录VI D)试验测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以体积比为55:45的甲醇-水为流动相;检测波长为250nm,理论板数按穿心莲内酯峰计为4000;取复方穿心莲20片,去糖衣研细,精密称定取1.2g,精密加入甲醇50mL,称定重量,浸渍30min,超声处理(功率80W,频率50Hz)30min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减少的重量,摇匀,过滤,取滤液20mL加在过200目筛后取5g填入口径为1.5cm的中性氧化铝柱上,用25mL甲醇洗脱,用50mL量瓶收集洗脱液,并加甲醇至刻度,摇匀、过滤作为供试品溶液;精密称取穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯对照品适量,分别加甲醇制成每1mL含穿心莲内酯50 μ g、含脱水穿心莲内酯100 μ g的溶液作为对照品溶液;精密吸取上述两种对照品溶液、供试品溶液各10mL,分别注入液相色谱仪进行测定;

[0024] 复方穿心莲片每片含穿心莲以穿心莲内酯($C_{20}H_{30}O_5$)和脱水穿心莲内酯($C_{20}H_{28}O_4$)的总量计为1.5mg。