

径为 15 $\mu\text{m}$  的尼龙过滤网,这种过滤网具有无材料脱落、耐浸泡的优点。目前我国许多专家正朝着这个方向研究开发更高精度的终端滤器,以确保患者的输液安全。

#### 参考文献:

[1] 国家标准 GB 8368·一次性使用输液器。

- [2] 王丽霞. 中药注射剂的安全使用[J]. 中国医院药学杂志, 2001, 21(6): 374.
- [3] 徐爱文, 李 晴, 吴素娟. 注意微粒量的累加[J]. 中国医院药学杂志, 1996, 16(5): 207.
- [4] 王世岭, 刘清云. 就输液中不溶性微粒的粒径分布谈输液滤器的开发方向[J]. 中国医院药学杂志, 1995, 15(2): 70.

收稿日期: 2004-11-06

## 祛痰合剂的制备与质量控制

黄惠华, 吴应全, 郑克衍(广东省揭阳市人民医院, 广东 揭阳 522000)

**摘要 目的:** 制备祛痰合剂, 并建立质量控制和观察稳定性。**方法:** 以氯化铵、吐根酊、甘草流浸膏、复方樟脑酊组方配制, 用薄层法鉴别阿片酊、用银量法测定氯化铵。**结果:** 鉴别、含量测定均符合规定。**结论:** 本制剂配方合理、工艺简单, 质量稳定可控, 适合患者临床使用需要。

**关键词** 祛痰合剂; 质量控制; 制备

中图分类号: R944. 1, R927. 11

文献标识码: A

文章编号: 1006-0111(2006)04-0220-02

咳嗽是刺激呼吸道黏膜所引起, 是呼吸道炎症的反映。如感冒后的气管炎、支气管炎和其它不适引起的咳嗽, 目前尚无特殊的药物治疗, 只能对症治疗, 祛痰合剂(棕铵合剂)为我院自制制剂, 在治疗感冒所引起的咳嗽中显示了很好的疗效。在本院同类药品销售数量中占有较大的份额, 并得到广大患者的认可。

### 1 处方组成及制备

**1.1 原料** 氯化铵(广州市汉普医药有限公司, 批号 20040917); 吐根酊(广东邦民制药厂有限公司, 批号 040605); 甘草流浸膏(广东邦民制药厂有限公司, 批号 040315); 复方樟脑酊(北京海德润制药有限公司, 批号 040426); 单糖浆(自制)<sup>[1]</sup>; 浓氨溶液(福建石化集团三明化工有限责任公司综合厂, 批号 040502); 羟苯乙酯(广东省台山市新宁制药厂, 批号 20040602); 吐温-80(广东省汕头市西陇化工厂, 批号 040529)

**1.2 处方** 氯化铵 20g、吐根酊 40mL、甘草流浸膏 40mL、复方樟脑酊 60mL、单糖浆 150mL、浓氨溶液 2.5mL、羟苯乙酯溶液(5%) 10mL、吐温-80 1mL、蒸馏水加至 1000mL。

**1.3 制备** 取氯化铵溶于适量蒸馏水中, 过滤, 滤液与单糖浆混合缓缓加入吐根酊, 复方樟脑酊、羟苯乙酯溶液(5%), 随加随搅拌, 再将甘草流浸膏与浓氨溶液混合后加入上液, 加入吐温-80, 再加蒸馏水

至足量, 搅匀, 过滤分装即得。

### 2 质量控制

**2.1 性状** 本品为棕色液体, 味咸, 微甜。

#### 2.2 鉴别

##### 2.2.1 阿片碱<sup>[1]</sup>

**2.2.1.1** 取本品 10mL, 加氨试液使呈碱性, 加氯仿 10mL, 振摇提取, 分取氯仿层置蒸发皿中, 在水浴上蒸干, 往残渣中加甲醇 1 滴, 硫酸数滴即显紫红色。

**2.2.1.2** 取本品适量, 加磷钼酸试液与硫酸数滴, 显红色, 后变为蓝色。

**2.2.1.3 薄层鉴定。** 取本品约 15mL, 加氨试液使呈碱性, 用氯仿 25mL, 振摇提取, 静置分层(或加西黄芪胶搅拌使乳化层澄清), 取氯仿液, 过滤, 置蒸发皿中, 在水浴上蒸干, 残渣加乙醇少许溶解, 作为供试品溶液; 另以阿片酊作对照溶液, 照薄层层析法试验, 吸上述两种溶液各 5 $\mu\text{L}$ , 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以二乙胺-乙醇-苯(1:2:6)为展开剂, 展开后, 晾干, 在 105 $^{\circ}\text{C}$  干燥 10min, 放冷, 喷以碘化铋钾溶液, 立即检视。供试品溶液所显主斑点应与对照溶液的主斑点的位置、颜色一致。

##### 2.2.2 吐根碱<sup>[1]</sup>

**2.2.2.1** 取本品 50mL, 加氨试液呈碱性后, 加氯仿 20mL, 振摇提取, 分取氯仿层置蒸发皿上蒸干, 残渣中加稀硫酸 2~3 滴, 混匀, 加硫酸 2 滴及钼酸铵少许。显污绿色。

2.2.2.2 取本品 3mL,加氨试液 1mL 及乙醚 3mL,振摇提取后,分取乙醚层,蒸干,残渣加稀盐酸 1mL,加碘化汞钾试液 2 滴,即显白色浑浊<sup>[1]</sup>。

2.2.3 甘草流浸膏<sup>[1]</sup>

2.2.3.1 取本品 10mL,加稀盐酸即析出甘草酸沉淀,过滤,沉淀用水洗涤,再加氨试液使其溶解,蒸干,残渣有甜味,溶于水后,强力振摇,产生持久性的泡沫。

2.2.3.2 取本品 1~2 滴,加碱性酒石酸铜试液 1~2 滴,显草绿色。

2.2.4 本品显铵盐和氯化物的鉴别反应<sup>[2]</sup>。

2.3 检查

2.3.1 pH 值:8.0~9.0。

2.3.2 应符合中国药典 2005 年版制剂口服溶液剂项下有关的各项规定<sup>[2]</sup>。

2.4 氯化铵的含量测定 精密量取本品 2mL,置 50mL 量瓶中,加水 10mL,精密加硝酸银液(0.1mol/L)25mL,加硝酸 4mL,再加水至刻度,摇匀,过滤,弃去初滤液,精密量取续滤液 20mL,加硫酸铁铵指示液 3 滴,用硫氰酸铵液(0.1mol/L)滴定至显微红色,以不含氯化铵的本合剂作空白试验,以空白滴定所消耗的硫氰酸铵液(0.1mol/L)毫升数减去样品滴定所消耗的硫氰酸铵液(0.1mol/L)毫升数,即得。1mL 硝酸银液(0.1mol/L)相当于 5.349mg 的 NH<sub>4</sub>Cl。

2.5 精密度试验和溶液稳定性试验 精密吸取供试品溶液,按 2.4 对氯化铵含量连续测 5 次,RSD 为 0.43%。取同一供试品液于 0、1、2、3、4h 测定氯化铵含量,RSD 为 0.49%。

2.6 加样回收试验 按处方比例,分别加入精密称定的氯化铵,分别配制高、中、低 6 份浓度不同的制剂 100mL,按含量测定方法测定氯化铵含量,计算回收率,结果见表 1。

表 1 加样回收测定结果(n=6)

编号	加入值 (g/100mL)	实测值 (g/100mL)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	1.875 1	1.881 0	100.31		
2	1.913 4	1.914 3	100.05		
3	2.021 5	2.021 1	99.98	100.31	0.36
4	2.153 3	2.174 5	100.98		
5	2.200 9	2.207 8	100.31		
6	2.256 5	2.261 2	100.21		

恒温 and 相对湿度 75% 的条件下放置 6 个月,每隔 1 个月取样,每次取样 3 份,按含量测定项下测氯化铵的含量,与 0 月数据比较,结果贮存 6 个月氯化铵相对含量均大于 95% (见表 2)。其它项目均符合质量要求。

表 2 加速试验氯化铵含量测定结果(n=3,标示量%)

批号	0 月	1 月	2 月	3 月	4 月	5 月	6 月
041105	98.05	97.72	97.05	96.72	96.39	95.72	94.72
041110	100.39	100.06	100.06	99.72	99.39	98.39	97.39
041116	102.06	101.39	101.06	100.72	100.39	99.72	98.39

3.2 长期试验 取供试品 3 批,按市售包装,在温度 25℃,相对湿度 60% 的条件下放置 12 个月。分别于 0、3、6、9、12 个月各取样一次,每次取样 3 份,按含量测定项下测氯化铵的含量,与 0 月数据比较,结果氯化铵含量见表 3,其它项目均符合质量要求。

表 3 长期试验氯化铵含量测定结果(n=3,标示量%)

批号	0 月	3 月	6 月	9 月	12 月
041105	98.05	97.72	97.05	96.05	95.05
041110	100.39	100.39	99.72	99.06	98.05
041116	102.06	101.72	101.06	100.06	98.72

由表 3 可知本制剂在 12 个月内质量基本符合规定。

4 讨论

本制剂配方合理,利用氯化铵和甘草流浸膏祛痰作用,配合复方樟脑酊则起到镇咳祛痰作用,在配制中利用表面活性剂吐温-80 把复方樟脑酊处理后再与上液进行混合解决了产品的稳定性及产品外观性状问题,符合《中国医院制剂规范》操作程序,质量控制可靠,保证了产品质量安全,经过临床多年的使用疗效确切。

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部药政局. 中国医院制剂规范. 西药制剂[S]. 第 2 版. 北京:人民卫生出版社,1995:62,55,61,56.  
[2] 中国药典. 2005 年版. 三部[S]. 附录,2005:21,15,176.

收稿日期:2005-12-16

3 稳定性试验<sup>[2]</sup>

3.1 加速试验 取本品 3 批,按市售包装,置 40℃