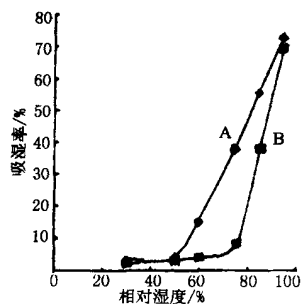




A-包衣前 B-包衣后

A-hygroscopicity B-post-coating hygroscopicity

图 1 颗粒吸湿率与相对湿度关系曲线图

Fig. 1 Curve of relation between granule hygroscopicity and relative humidity

为 30%, 50%, 60%, 75%, 85%, 95% 硫酸溶液的干燥器内, 于 25℃ 保持 7 d 后称重, 计算吸湿率, 以吸湿率对相对湿度作图, 结果见图 1

作未包衣颗粒临界相对湿度直线部分与横坐标相交的直线方程

$Y = 1.73X - 91.95, r = 0.9999$ 包衣颗粒临界相对湿度直线部分与横坐标相交的直线方程 $Y = 2.99X - 215.28, r = 0.9963$ 从中计算出未包衣颗粒临界相对湿度为 53%, 包衣颗粒临界

相对湿度为 72%。说明包衣后防潮性能得以增强。

由图 1 可知, 包衣颗粒临界相对湿度比未包衣的临界相对湿度大, 后经多次实验证明车间环境的相对湿度控制在约 60% 可更好地保证宁心安神胶囊的质量。

2.3 休止角测定: 采用固定漏斗法 将 3 只漏斗串

连并固定于水平放置的坐标纸上适宜的高度 (3 cm) 处, 小心地将包衣前后两种颗粒分别沿漏斗壁倒入最上面的漏斗上, 直到最下面形成的颗粒圆锥体尖端接触到最下面漏斗口为止, 测出圆锥底部的直径, 计算出休止角 结果见表 2 可见颗粒进行包衣后, 流动性得以增强。

表 2 包衣前后两种颗粒的休止角 ($n = 3$)

Table 2 Dormant angle of two kinds of granule before and after coating ($n = 3$)

颗 粒	休止角 $\theta(^{\circ})$
包衣前	42.7
包衣后	37.6

3 讨论

对于纯中药制剂, 特别是浸膏含量较高的颗粒, 往往存在流动性差和易吸潮等问题, 因此, 先对填充颗粒进行薄膜包衣的方法值得推广使用。同时按宁心安神胶囊的质量标准的要求对包衣前后的两种样品进行质量检测, 结果表明各项指标均符合规定, 说明包衣材料不干扰宁心安神胶囊的药品质量。

References

- [1] Lin G X. Film coating method for Hupo Xiaoshi Granule [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 1999, 21(10): 540.
- [2] Li C. Study on the preparation technology of Kangfuling Capsule [J]. *J Guangxi Coll Tradit Chin Med* (广西中医学院学报), 2000, 17(1): 64-65.

HPLC法测定大山楂丸中金丝桃苷的含量

邢秀芳¹, 于宏芬^{2*}

(1. 黑龙江省中药研究所, 黑龙江 哈尔滨 150040; 2. 黑龙江康尔股份有限公司, 黑龙江 哈尔滨 150040)

大山楂丸由山楂、神曲、麦芽组成, 具有开胃消食的功能, 用于食积内停所致的食欲不振、消化不良、脘腹胀闷。山楂为处方中君药, 金丝桃苷为其主要活性成分。本实验采用 HPLC 法对金丝桃苷进行测定, 方法准确、简便, 可用于大山楂丸的质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1100 高效液相色谱仪, 大连依利特公司 Echrom 98 工作站。金丝桃苷 (纯度 96.85%) 购自日本, 大山楂丸 (黑龙江省中药研究所中药制剂室提供), 异丙醇、乙酸均为分析纯, 水为重蒸水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Diamond C₁₈ 色谱柱 (250 mm × 4.6

mm, 5 μm); 流动相: 水-异丙醇-乙酸 (80:17.3); 流速: 1 mL/min; 检测波长: 260 nm; 柱温: 室温。理论塔板数按金丝桃苷峰计算应不低于 5 000, 分离度为 2.5。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取在 100℃ 干燥至恒重的金丝桃苷对照品适量, 加流动相制成 40 μg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液及阴性对照液的制备: 取本品 5 g, 剪碎, 精密称定, 置烧杯中, 加适量甲醇超声 30 min, 滤过, 残渣再加适量甲醇超声 15 min, 滤过, 合并滤液。回收甲醇至干, 残渣中加入适量水使溶解, 上聚酰胺柱。用水冲洗至洗液近无色, 然后用 200 mL 70% 乙醇洗脱并接收, 挥尽乙醇, 残渣用甲醇溶

解并定容于 5 mL量瓶中,摇匀,用微孔滤膜滤过,取续滤液,作为供试品溶液。仿此方法制得不含山楂的阴性对照液。在上述色谱条件下,分别精密吸取对照品溶液、阴性对照液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,测定,得到金丝桃苷对照品溶液、阴性对照液与供试品溶液的色谱图(图 1)

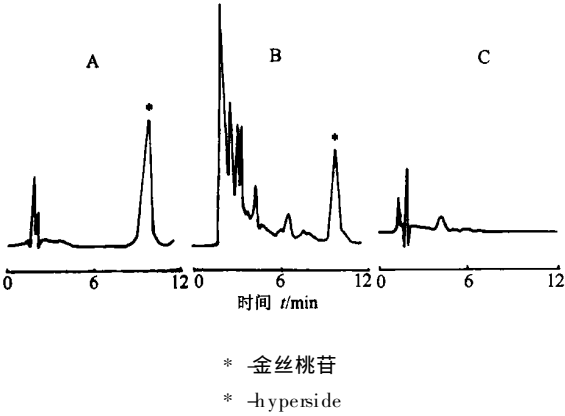


图 1 金丝桃苷对照品(A)、大山楂丸供试品(B)和阴性对照品(C)的 HPLC图

Fig. 1 HPLC chromatograms of hyperoside (A), Dashanzha Pill (B) and negative sample (C)

2.4 线性关系考察:精密吸取对照品溶液 2, 5, 8, 11, 14, 17 μ L注入高效液相色谱仪,记录色谱图。以峰面积为纵坐标,以浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程: $Y = 61\,226X - 177.69$, $r = 0.9995$ 。可见,金丝桃苷 0.08~0.68 mg/mL 时与峰面积具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验:精密吸取同一份供试品溶液 10

μ L,重复进样 6次,测定金丝桃苷峰面积积分值,结果 $RSD = 0.96\%$ 。

2.6 稳定性试验:取供试品溶液每隔 1 h 进样 1 次,测定峰面积。结果供试品溶液中金丝桃苷在 8 h 内稳定, $RSD = 1.47\%$ ($n = 9$)。

2.7 重现性试验:取同一批样品 6份,制备供试品溶液,测定金丝桃苷含量,结果 $RSD = 1.83\%$ 。

2.8 加样回收率试验:精密称取已知含量的同一批样品 6份,分别精密加入金丝桃苷对照品,按供试品溶液的制备方法处理,并适当稀释,计算加样回收率,结果平均回收率为 98.0%, $RSD = 1.51\%$ 。

2.9 样品测定:取 3批大山楂丸,按上述供试品溶液制备方法制备样品溶液,进样分析,结果见表 1

表 1 大山楂丸中金丝桃苷测定结果 ($n = 3$)

Table 1 Content of hyperoside in Dashanzha Pill ($n = 3$)	
批 号	金丝桃苷 / (mg $\cdot$ 丸 $^{-1}$)
20010312	0.631 7
20010313	0.664 2
20010314	0.658 3

3 讨论

大山楂丸用甲醇溶解直接注入液相色谱仪测定,杂质峰较多,金丝桃苷难以分开。通过上聚酰胺柱,以水洗去大量杂质,使样品得以纯化,分离效果较好。用水洗涤的流速要慢,以免影响洗涤效果。用量不少于 200 mL,否则洗涤不完全。

采用本法测定大山楂丸中的金丝桃苷的含量,重现性好、准确、可靠,能有效控制产品的质量。

(上接第 675 页)

实验室的综合水平;③可以被用来沟通系统内主管机构与各个实验室以及各个实验室之间的检测信息,使系统主管机构能动态地了解各个实验室的实际检测过程和状态;④可以被用来与国外先进国家的实验室进行国际间的实验室比对试验。

基于我国的现状,在中药质量保证体系的建设中,目前最迫切的就是依据国际溯源理论对中药标准物质(特别是基体标准物质)的研制和应用。可从我们研究最深入的中药品种入手,将标准物质、权威分析方法以及相应的标准结合起来,从中药生产、流通的各个环节进行控制,组织国内实验室比对,组织或参加国际比对,实现检测结果的国际互认。

2 结语与展望

总之,要建立一个具有溯源、等效互认的中药质

量保证体系,政府和中药管理部门要建立、完善和实施有关标准、法律法规,要积极组织研制、开发和应用标准物质。中药标准物质的研发是一个耗时、复杂的工作,特别是基体标准物质的研制,因此,中药及相关产业的生产、研究、政府管理部门等要加强合作,避免重复工作,积极参加国内实验室比对和国际比对,尽快建立国际互认的我国中药质量保证体系,保护我国的经济利益、人民健康和广大消费者的利益不受损害。

References

[1] Quan H. Reference Material and Its Applied Technique (标准物质及其应用技术) [M]. Beijing: Chinese Standard Press, 1990.
[2] Wang Y M. Metrology: to the national economy and the influence of the international trade [J]. China Metrology (中国计量), 1999, 5: 5-15.