

复方降脂胶囊质量标准的研究

天津药物研究院(300193) 马莉* 张丽** 戴广训

摘要 对复方降脂胶囊进行了定性定量研究。显微方法鉴别红花;薄层色谱法对照药材鉴别决明子;HPLC法测定芍药苷的含量,十八烷基硅烷键合硅胶为固定相,甲醇-5 mmol/L 柠檬酸水溶液-异丙醇(25:75:2)为流动相,紫外检测波长 240 nm,芍药苷与其它杂质得到有效分离。回收率为 100.52%,RSD=1.92%,测定结果所用药材赤芍中芍药苷的含量为 4.46%,三批样品的平均含量为 12.69 mg/g,暂定芍药苷的含量在 10.14 mg/g 以上。

关键词 复方降脂胶囊 芍药苷 HPLC 薄层层析 显微鉴别

复方降脂胶囊是治疗高血脂症的新药,由决明子、赤芍、红花等味中药组成。为有效控制其质量,我们采用了 HPLC 法对其主要药味赤芍进行了含量测定。本方法灵敏度高,重现性好,其他成分无干扰。针对本制剂为原粉制剂的特点,以显微鉴别与薄层色谱法相结合,对其处方中决明子、红花进行了定性鉴别研究,结果满意。

1 仪器与试剂

仪器: Waters 高效液相色谱仪,510 型输液泵,U_{6K} 手动进样器,CR6A 数据处理机,4L 紫外检测器。

试剂: 甲醇为色谱纯,其他均为分析纯

样品: 批号 970201,970202,970203 由武警医学院天宝药厂提供。

对照品: 芍药苷、对照药材决明子均购自中国药品生物制品检定所。

2 定性鉴别

2.1 红花的鉴别: 取本品粉末少许,置显微镜下观察:花粉粒呈类圆形,椭圆形或橄榄形,直径约 40~60 μm,具有 3 个萌发孔,外壁有齿状突起。

2.2 决明子的鉴别: 取本品 4 粒,加正己烷

20 mL,振摇,回流提取 0.5 h,滤过,滤液浓缩至 0.5 mL,作为供试品溶液。另取决明子对照药材 0.5 g 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 1995 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述两种溶液各 5~10 μL,

分别点于同一硅胶 G 高效薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-甲醇(10:1:1)的上层溶液为展开剂。展开,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视,供试品色谱中与对照药材色谱相应位置显相同橙黄色荧光斑点(见图 1)。

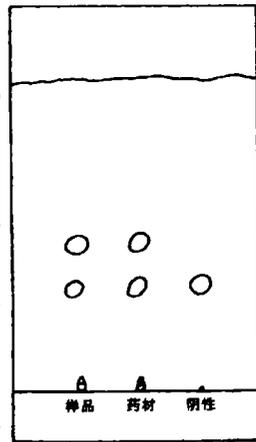


图 1 决明子薄层图

3 赤芍中芍药苷的含量测定

3.1 色谱条件与系统

适用性试验: 色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填料(4.6 mm×250 mm);流动相甲醇-5 mmol/L 柠檬酸水溶液-异丙醇(25:75:2);检测波长 240 nm;流速 0.9 mL/min;灵敏度 0.2;理论板数按芍药苷峰计算应不低

* Address: Ma Li, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin
** 武警医学院制药厂

于 1 650, 芍药苷与其他杂质得到有效分离。

3.2 供试品溶液的制备:取本品约 1 g,精密称定,置 50 mL 圆底烧瓶中,加甲醇 10 mL,置水浴中回流提取 2 h,放冷,滤过。精密吸取续滤液 2 mL,置 50 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

3.3 对照品溶液的制备:精密称取芍药苷对照品 50 mg 置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀;精密量取 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得(50 μg/mL 芍药苷)。

3.4 线性关系的考察:准确吸取对照品溶液 6, 8, 10, 12, 14 μL 进样,以峰面积的芍药苷进行线性回归,得回归方程 $Y=3.044 \times 10^{-4} X + 0.2059 \times 10^{-4}$; $r=0.9999$,结果表明芍药苷量在 0.2465~0.5753 μg 之间具有良好的线性关系。

3.5 精密度试验:精密吸取上述对照品溶液重复进样 5 次,精密度良好, $RSD=0.95\%$ 。

3.6 重复性试验:取同一批号的复方降脂胶囊样品 8 份,按供试品溶液制备项下制备,分别依法测定。结果表明,本法重复性良好, $RSD=1.69\%$ 。

3.7 回收率试验:采用加样回收法,取已知含量的复方降脂胶囊,分别添加芍药苷对照品依法测定回收率,结果平均回收率为 100.52%, $RSD=1.92\%$ ($n=5$)。

3.8 3 批样品含量测定:取 3 批样品依法测定,结果见表 1,图 2。

3.9 药材的含量测定:取芍药药材细粉 1 g,

按法测定,芍药苷含量为 4.46%。

表 1 3 批样品含量测定

批号	含量(mg)	平均含量(mg/g)
970201	12.68	
970202	12.37	12.69
970203	13.03	

4 讨论

4.1 方中决明子中蒽醌类成分较多,但方中同时含有等量何首乌,主要成分也为蒽醌类,共同斑点较多,采用决明子对照药材对照,365 nm 下有特征斑点,阴性无干扰。

4.2 本方为原粉制剂,方中红花为唯一花类,故采用显微鉴别,观察其专属性强的花粉粒为鉴别依据。实验中虽也观察到花柱等其他特征,但均不如花粉粒特征明显。

4.3 赤芍的主要活性成分为芍药苷,对生药中芍药苷的含量测定方法主要有薄层扫描法、分光光度法和 HPLC 法^[1]。本提取方法简单,分离度好,结果准确,相对误差小,我们对复方降脂胶囊三批测定结果表明芍药苷含量基本稳定,可做为其质控手段。

(1998-11-03 收稿)

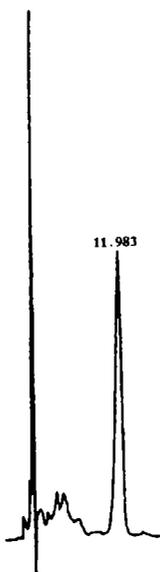


图 2 样品 HPLC 图

本刊加入 Chinainfo 信息服务系统

为了实现科技期刊编辑、出版发行工作的电子化,推进科技信息交流的网络化进程,经研究决定,本刊入网 Chinainfo(中国信息)网络资源系统(电子期刊),所以,向本刊投稿并录用的稿件文章,将一律由编辑部统一纳入 Chinainfo 信息服务系统,进入因特网提供信息服务。凡有不同意见将自己稿件纳入因特网传送交流的作者,请来函声明。本刊所付稿酬已含刊物内容上网服务报酬,故不再另付。

网址: <http://www.chinainfo.gov.cn/periodical>

《中草药》杂志编辑部