

HPLC法测定安胎保婴丸中芍药苷的含量

天津达仁堂制药厂(3000142) 杜海燕* 金兆祥 徐晓阳

摘要 采用 HPLC法测定了安胎保婴丸中芍药苷的含量。用甲醇-异丙醇-36%乙酸-水(25:2:2:71)作流动相, ODS柱,能使样品中芍药苷得到较好的分离。芍药苷的平均回收率为 99.92%, RSD为 1.15%。本法简便、准确、稳定、重现性好,且成药中其它组分对测定无干扰,能有效地控制该制剂的质量。

关键词 HPLC 安胎保婴丸 芍药苷

安胎保婴丸是由白芍、菟丝子、桑寄生、白术等十几味中药组成的三类新药,具有补肾安胎、养精生血之功效,用于治疗习惯性流产、先兆流产。方中主药为白芍 *Paeonia lactiflora* Pall. 干燥的根,其主要有效成分芍药苷具有镇静、镇痛、解痉、抗炎^[1]等作用,因此我们选定白芍中芍药苷作为该制剂的含量测定指标。有关芍药苷的含量测定文献报道很多,如比色法^[2]、薄层-紫外分光光度法^[4]、HPLC法^[5,7]。我们采用 HPLC测定了安胎保婴丸中芍药苷的含量,优选了提取、测定条件。该法简便、准确,能够有效地控制该制剂的质量。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6A高效液相色谱仪, SPV-6AV可见紫外检测器; C-R3A型数据处理机; ODS-5柱(4.6 mm×150 mm); 250型超声波振荡器。

芍药苷购自中国药品生物制品检定所(供含量测定用),安胎保婴丸由天津达仁堂制药厂提供,甲醇为色谱纯,其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 流动相: 甲醇-异丙醇-36%乙酸-水(25:2:2:71),流速 0.5 mL/min,检测波长 232 nm,纸速 2 mm/min,柱温: 室温,进样量: 均为 5 μL

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取芍药苷对照品,用 50%乙醇制成每毫升含芍药苷 0.102 mg的溶液,作为对照品溶液。精密吸取上述溶液 1, 3, 5, 7, 9, 11 μL,按上述色谱条件依次进行分析。测定,以进样量为横坐标,以峰面积为纵坐标作标准曲线,得回归方程: $Y = -1.50 \times 10^4 + 3.08 \times 10^5 X$, $r = 0.9998$,表明芍药苷的进样量在 0.102~1.122 μg间,与峰面积呈良好的线性关系。

2.3 样品测定: 取样品 50粒,剪碎,混匀,精称 4 g于 10 mL离心管中,加入 50%乙醇至刻度,超声波提取 15 min,离心(3 000 r/min),取上清液,残渣用 50%乙醇再提取 2次,合并上清液置 50 mL容量瓶中,用 50%乙醇稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm滤膜过滤,作为供试品溶液。精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 5 μL进样,照上述色谱条件测定,用外标一点法计算,结果见表 1。

表 1 安胎保婴丸中芍药苷含量测定结果

批号	芍药苷含量 (%)			平均值 (%)	RSD (%)
940124	0.095	0.097	0.096	0.096	1.04
940415	0.096	0.098	0.096	0.097	1.19
941109	0.111	0.113	0.110	0.111	1.37
950217	0.110	0.112	0.114	0.112	1.78
950601	0.099	0.102	0.100	0.100	1.52

2.4 样品的阴性对照试验: 按样品处方称取除白芍的中药材适量,按供试品提取方法制成阴性对照,用与样品相同色谱条件测定,同时测定样品,结果见图 1。测得阴性对照样品在芍药苷出峰处峰面积为零,证明无干扰,说明该法准确、可靠。

2.5 精密度试验: 精密吸取对照品溶液 5 μL,重复进样 6次,测定其吸收峰面积, RSD= 0.97%。

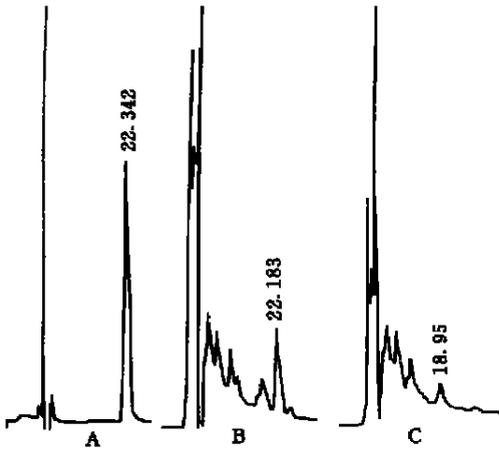
2.6 重复性试验: 取同一批样品,精称 6份,按样品含量测定方法提取、测定。平均含量为 0.110%, RSD= 1.35%。

2.7 回收率试验: 精密称取已知芍药苷含量为 0.11%的安胎保婴丸样品 5份,每份 2 g,分别精密加入 1.10 mg/mL的芍药苷对照品溶液 2 mL,各份均依样品测定项下方法操作,计算回收率。5次测定结果,芍药苷平均回收率为 99.02%, RSD为 1.15%。

3 讨论

* Address: Du Haiyan, Darentang Pharmaceutical Factory, Tianjin

杜海燕 女, 1990年毕业于沈阳药科大学中药系, 并获得学士学位。现在天津达仁堂制药厂技术开发科任职, 工程师。主要从事中药新药的研制与开发及中成药制剂质量标准的制订工作。先后参加了本厂 4个三类新药的研究与开发以及十几个老产品质量标准的制订等工作。在国内公开刊物上发表论文 4篇。



A 芍药苷 B 安胎保婴丸 C 阴性对照

图 1 样品 HPLC 图谱

3.1 提取条件的选择: 本实验通过对甲醇、50%乙醇、95%乙醇 3 种不同提取溶媒进行考察, 结果 50% 乙醇的提取率最高, 又经超声波提取 2, 3, 4, 5 次对比实验, 结果以 50% 乙醇为提取溶媒, 超声波提取 3 次, 每次 15 min, 芍药苷的含量最高, 且峰形

对称, 分离度好。

3.2 测定波长的选择: 应用紫外分光光度计 (UV-2100) 测定芍药苷的紫外吸收光谱图, 确定在 232 nm 处有最大吸收, 故选择 232 nm 为检测波长。

3.3 流动相的选定: 参考文献^[6-8]报道的几组流动相系统, 均不适合本样品, 经反复摸索实验, 用甲醇-异丙醇-36% 乙酸水 (25: 2: 2: 71) 为最佳, 芍药苷峰形对称, 分离完全

3.4 稳定性实验: 将制备好的供试品溶液进行分析, 以后每隔 2 h 进样一次, 重复 4 次, 供试品溶液的吸收面积在 8 h 内基本无变化

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海: 上海科技出版社, 1977: 2225
- 2 中国药品生物制品检定所中药室. 药品与生物制品, 1976, (3): 226
- 3 刘玉珍, 等. 中成药, 1993, 15(5): 15
- 4 罗国安, 等. 中成药研究, 1988, (1): 10
- 5 史林, 等. 中草药, 1991, 22(1): 306
- 6 杨威, 等. 中成药, 1994, 16(5): 12
- 7 王春明, 等. 药物分析杂志, 1995, 15(2): 53

(1999-2-25 收稿)

葛根黄酮胶囊的制备及体外释放动力学

解放军二七二医院 (天津 300020) 郭建平* 孙其荣** 周全** 姚康德*** 成果祥***

摘 要 以 EC/PEG 为混合载体, 用固体分散技术制成葛根黄酮胶囊, 与愈风宁心片做了体外释放度的比较。30 min 药物释放分别为: (65.5 ± 13.63)%, (27.86 ± 13.07)%。10 h 药物释放为: (95.70 ± 6.10)%, (76.42 ± 3.3)%。经方差分析, 胶囊与愈风宁心片之间有显著性差异 (P < 0.05)。胶囊 1 h 内达峰, 后维持表现零级释放。而愈风宁心片没有突释效应, 10 h 左右释药不完全。

关键词 葛根黄酮胶囊 制备 体外释放动力学

用溶剂法将葛根黄酮与 EC/PEG 制成固体分散体胶囊, 此系统为骨架扩散控释体系。在此系统中, PEG 为致乳剂, 此类制剂释药过程介于一级和零级之间, 一般与 $t_{1/2}$ 成正比, 但有些制剂的研究发现溶出符合零级动力学 [朱盛山. 药物新剂型. 北京: 人民卫生出版社, 1993: 17]。我们对 EC/PEG 葛根黄酮胶囊进行了体外释放度的研究, 与愈风宁心片作了比较, 30 min 药物释放分别为: (65.51 ± 3.63)%, (27.86 ± 13.07)%, 10 h 药物的释放为 (95.07 ± 6.10)%, (76.42 ± 3.3)%。经方差分析, 胶囊与愈风宁心片之间, 有显著性差异 (P < 0.05)。

1 材料和方法

1.1 仪器: 岛津 UV-3000 紫外分光光度计 (日本), 751 型紫外分光光度计, 2RS-4 型智能药物溶出仪 (天津大学无线电厂)。

1.2 材料: 葛根黄酮 EC/PEG 固体分散体胶囊, 自制; 愈风宁心片: 天津中药厂 (94110)。

2 实验部分

2.1 葛根黄酮 EC/PEG 胶囊的制备: 将 EC-PEG-葛根黄酮按 (5: 0.4: 1) 比例混合均匀, 用溶剂法将其制成固体分散体, 过 60 目筛, 装 2 号空心胶囊

2.2 释放方法: 中华人民共和国药典 1995 年版转

* Address: Guo Jianping, No. 272 Hospital of PLA, Tianjin
** 上海第二军医大学 *** 天津大学