

HPLC法测定降压I号胶囊中芍药苷的含量

王文彤¹, 陈 旭^{2*}

(1. 天津市医药科学研究所, 天津 300070; 2. 天津市河西区珠海医院, 天津 300222)

降压I号胶囊由羚羊角、白芍、冰片等十余味中药组成, 具有清心化痰、镇静降压之功效, 主要用于治疗肝火旺盛、头晕目眩、烦躁不安、痰火壅盛、高血压症。方中主药白芍具有镇静、镇痛、解痉、抗炎等作用^[1], 其主要活性成分芍药苷具有明显的降压作用^[2]。因此控制芍药苷的含量可以作为控制该制剂质量的指标。本实验采用HPLC法测定了降压I号胶囊中芍药苷的含量。本法稳定、准确、重现性好, 灵敏度高。

1 仪器与试剂

日本岛津 LC-6A高效液相色谱仪, SPD-6AV可见紫外检测器, C-R3A数据处理机, SB2200型超声波提取器(上海超声仪器厂出品)。甲醇为色谱纯, 芍药苷对照品(购于中国药品生物制品检定所), 其他试剂均为分析纯, 水为双蒸水。白芍饮片(购于天津市药材公司), 降压I号胶囊(天津市珠海医院提供)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: ODS-C₁₈柱(4.6 mm×150 mm, 5 μm); 柱温: 室温; 流动相: 甲醇-异丙醇-36%乙酸-水(25: 2: 2: 71); 流速: 0.8 mL/min; 检测波长: 232 nm; 进样量: 对照品 10 μL, 样品 10 μL; 灵敏度: 0.08 AUFS。色谱柱的理论板数按芍药苷峰计应大于 3 000。

2.2 标准曲线的绘制: 精密称取芍药苷对照品 11.0 mg, 加入 50% 乙醇使溶解并定容于 50 mL 容量瓶中, 摇匀即得(含芍药苷 0.22 mg/mL)。用 50% 乙醇依次稀释得到 2.42, 1.98, 1.54, 1.10, 0.66, 0.22 mg/mL 对照品溶液。在上述色谱条件下分别进样, 进样量 5 μL, 每一浓度重复 3 次, 测定峰面积积分值。以对照品浓度(C)对峰面积(A)绘制标准曲线。结果表明, 芍药苷进样量在 0.22~2.42 μg 与峰面积呈线性相关。线性方程为 $Y = 3.526 \times 10^{-3}X + 4.03 \times 10^{-6}$, $r = 0.9999$ 。

2.3 空白试验: 取除白芍以外的各原药材, 按处方量制得胶囊, 照供试品制备方法制备空白对照液, 测

定。结果表明, 本试验条件下, 在与芍药苷相对应的保留时间下, 其他成分对本测定方法没有干扰。色谱图见图 1。

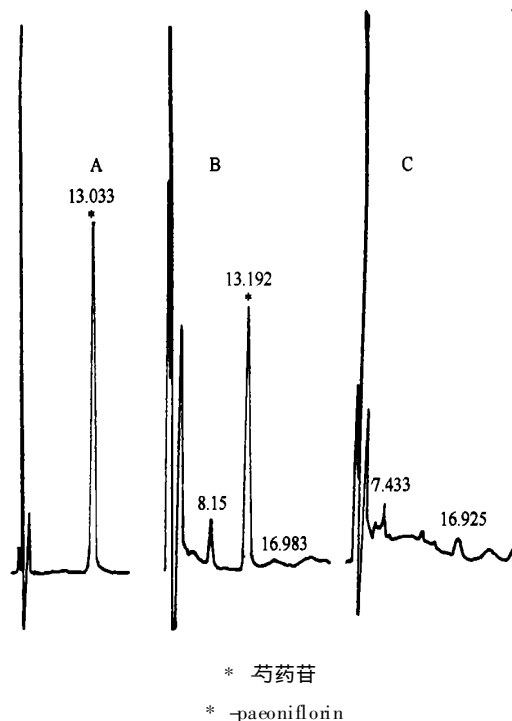


图 1 芍药苷对照品(A)、降压I号胶囊供试品(B)和阴性对照(C)的HPLC图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of paeoniflorin (A), Hypotensor I Capsule (B) and negative solution (C)

2.4 精密度试验: 对同一芍药苷对照品溶液(1.10 mg/mL)连续进样 5 次, 进样量 10 μL, 测定峰面积, 计算得 $RSD = 0.50\%$ 。

2.5 重现性试验: 取同一批号(20010420)降压I号胶囊样品, 称取 6 份, 按拟定的方法进行提取、分析, 测得芍药苷含量的 $RSD = 1.86\%$ 。

2.6 稳定性试验: 取供试液每 2 h 进样一次, 重复 6 次, 供试品溶液中芍药苷的吸收峰面积 $RSD = 0.896\%$ 。表明溶液在 12 h 内基本无变化。

2.7 加样回收率试验: 取同一批号(20010421)降压I号胶囊样品, 混匀, 精密称取 5 份, 每份 1 g, 分别

加入 0.22 mg/mL 芍药苷对照品溶液各 5 μ L,依法提取,测定,计算回收率。结果平均回收率为 97.07%,*RSD*=1.04%。

2.8 样品的测定:取降压 I 号胶囊内容物,混匀,精密称取 20 g 于 10 mL 离心管中,加 50%乙醇至刻度,超声提取 3 次,每次 15 min,离心(3 600 r/min)滤过,合并滤液置 50 mL 容量瓶中,加 50%乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。取 2 mL 用微孔滤膜(0.45 μ m)过滤,进样,进样量为 20 μ L,采用外标法测定。结果见表 1。

3 讨论
本实验采用 HPLC 法测定降压 I 号胶囊中芍药苷的含量,提取方法简单,分析快速,精密度高,重现性好,且空白无干扰,可较好控制本品的质量。

表 1 降压 I 号胶囊中芍药苷含量测定 (*n*= 2)

Table 1 Content of paeoniflorin in Hypotensor I Capsule (*n*= 2)

批 次	芍药苷含量/(mg·g ⁻¹)
20010419	151.0
20010420	151.5
20010421	150.5
20010422	148.5
20010423	149.0

References

[1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publishers, 1985.

[2] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Constituents in Phytomedicine* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.

宁心安神胶囊的制剂工艺改进

李玉芳,吕不望,张燕琴*
(杭州胡庆余堂药业有限公司,浙江 杭州 310016)

宁心安神胶囊是国家级名中医裘笑梅的临床验方,现收载于部颁标准中药成方制剂第七册。由黄连、琥珀、石菖蒲等组成。具有镇惊安神、宽胸宁心的功效。在实际生产中发现胶囊制备前的填充颗粒流动性差,且制备的胶囊存在易吸潮等现象,给生产和储存带来困难。为此,本研究对该胶囊的成型工艺进行了改进,并以临界相对湿度、吸湿曲线、休止角等粉体学数据为指标对颗粒进行了测试^[1,2]。结果表明:选用了一定组分的羟丙基纤维素对颗粒进行薄膜包衣,可以大大改善颗粒的流动性和吸潮率。

1 仪器与材料
真空干燥箱(江苏省东台市电器厂),电子天平(Mettler公司),包衣锅(自制),喷枪(自制),羟丙基纤维素(HPC)、蓖麻油、丙二醇、滑石粉、硬脂酸镁均为药用,其他试剂均为 AR 级,宁心安神胶囊(杭州胡庆余堂药业有限公司生产)。

2 实验方法
取宁心安神胶囊的填充前混合颗粒过 60 目筛,未包衣颗粒即颗粒直接加润滑剂(100 kg 颗粒加 3 kg 滑石粉和 0.5 kg 硬脂酸镁);包衣颗粒即先用 5% 羟丙基纤维素、蓖麻油、丙二醇进行薄膜包衣后

加同样量的润滑剂,然后分别进行微粉学考察。
2.1 吸湿速度试验:在已恒重的称量瓶中放 2~3 mm 厚未包衣颗粒,在另一已恒重的称量瓶放 2~3 mm 厚包衣颗粒,干燥至恒重,然后将其放入 25℃ 相对湿度为 100% 的干燥器中,定时称量,按吸湿率公式计算不同时间的吸湿率,每个样品平行测 2 份,得平均吸湿率,平均吸湿率随时间变化情况见表 1。

$$\text{吸湿率} = \frac{\text{吸湿后颗粒质量} - \text{吸湿前颗粒质量}}{\text{吸湿前颗粒质量}} \times 100\%$$

表 1 颗粒平均吸湿率随时间变化情况 (*n*= 2)

Table 1 Variation of average hygroscopicity of granule with time (*n*= 2)

时间/h	颗粒吸湿率/%	
	未包衣	包衣
10	8	5
20	15	10
30	20	15
40	25	20
50	30	26
60	33	28
70	37	32

2.2 临界相对湿度的测定:将未包衣颗粒和包衣颗粒分别放入已恒重的称量瓶中,颗粒厚度约 2~3 mm,于 45℃ 干燥至恒重,然后分别放入相对湿度

* 收稿日期: 2003-03-04