

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。

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

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.

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。

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

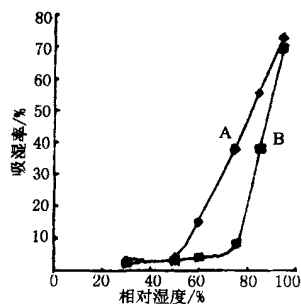
表 1 颗粒平均吸湿率随时间变化情况 (*n*= 2)

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



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