

油量,共测定 5次,结果见表 4 可见,包合物在 5 h 内含油量无变化

表 2 L₉(3⁴)正交试验结果

Table 2 Result of L ₉ (3 ⁴) orthogonal test					
试验号	A	B	C	D	含油量 /mL
1	1	1	1	1	0.667
2	1	2	2	2	0.641
3	1	3	3	3	0.636
4	2	1	2	3	0.824
5	2	2	3	1	0.837
6	2	3	1	2	0.787
7	3	1	3	2	0.873
8	3	2	1	3	0.952
9	3	3	2	1	0.910
K ₁	1.944	2.364	2.406	2.414	
K ₂	2.448	2.430	2.375	2.301	
K ₃	2.735	2.333	2.346	2.412	
k ₁	0.648	0.788	0.802	0.805	
k ₂	0.816	0.810	0.792	0.767	
k ₃	0.912	0.778	0.782	0.804	
R	0.264	0.032	0.020	0.038	

表 3 验证试验结果

Table 3 Result of confirming test					
挥发油投料量 /mL	包合物质量 /g	含油量 /mL	收率 %	包合率 %	
8	77.2	7.78	87.73	97.2	
8	80.5	7.37	91.48	92.1	
8	80.8	7.56	91.82	94.5	

3 讨论

3.1 挥发油的 β-CD包含在中药制剂上的应用,是一个较新的技术。在生产规模上的条件,还需进一步

表 4 β-CD包合物稳定性试验结果

Table 4 Result of stability test ofβ-CD inclusion compound	
加热时间 /h	含油量 /(mL·g ⁻¹)
0	0.087
1	0.087
2	0.087
3	0.086
4	0.085
5	0.086

摸索。

3.2 由于挥发油包合后,逸出损失小,和原来的汤剂,惯用的成药相比,临床疗效可能相应提高很多,在临床阶段要注意观察不良反应。

3.3 将挥发油 β-CD包合物用于制剂的生产,可稳定制剂的质量,特别能有效地防止制备过程,尤其是干燥过程引起的挥发油损失。在成品质量标准中,应增加挥发油的测定。有关的药材也要制定挥发油含量标准,这样才能有效控制中药制剂的质量。

References

[1] Cai Z, Wu L X, Zhong G L, *et al.* Technological studies of effect of inclusion on *Pericarpium Citri Reticulatae* volatile oil-beta-cyclodextrin [J]. *China J Chin Tradit Med* (中国中药杂志), 1995, 20(10): 603-604.

[2] Gao S, Sun L N, Quan S C, *et al.* Application of *Citrus Reticulata* volatile oil-beta-cyclodextrin inclusion complex in manufacture practice of granules [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29(5): 304-305.

[3] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. VolII .

HPLC法测定牛黄降压丸中芍药苷的含量

杨书良*

(哈尔滨商业大学药学院,黑龙江 哈尔滨 150076)

牛黄降压丸由牛黄、羚羊角、白芍、冰片等十几味中药组成,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,是传统的复方小蜜丸制剂。方中主药白芍具有镇痛、镇静、解痉、抗炎^[1]等作用,其主要活性成分芍药苷具有明显的降压作用^[2]。因此本实验选择芍药苷作为控制该制剂质量的指标。

1 仪器与材料

日本岛津 LG-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超声波提取器(上海超声仪器厂)。

芍药苷对照品(中国药品生物制品检定所),牛黄降压丸(天津达仁堂制药厂生产),甲醇为色谱纯,其他试剂均为分析纯,水为去离子水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件^[3]: 色谱柱: ODS-5 (4.6 mm×150 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-异丙醇-36%醋酸-水 (25: 2: 2: 71); 检测波长: 232 nm; 灵敏度: 0.08 AUFS; 流速: 0.8 mL/min; 柱温: 室温; 进样量: 标准品 5 μL,样品 20 μL。

* 收稿日期: 2003-02-02

2.2 供试品溶液的制备:取牛黄降压丸适量,剪碎,混匀,精密称取 2.0 g 于 10 mL 离心管中,加 50% 乙醇至刻度,超声波提取 3 次,每次 15 min,离心 3 600 r/min 滤过,合并滤液至 50 mL 量瓶中,加 50% 乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液

2.3 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,作为对照品溶液。精密吸取上述溶液 1, 3, 5, 7, 9, 11 μ L 依次进样分析。以测得峰面积为纵坐标,芍药苷浓度为横坐标,进行线性回归,得回归方程: $Y = 4.03 \times 10^{-3} + 3.526 \times 10^{-6} X$, $r = 0.999$ 表明芍药苷在 0.22~ 2.42 μ g 与峰面积呈良好线性关系

2.4 空白干扰试验:按样品处方称取除白芍外的中药材适量,按供试品提取制备方法制成阴性对照液,按上述色谱条件测定,结果阴性对照液在芍药苷出峰位置上无干扰

2.5 精密度试验:对同一样品重复进样 5 次,每次 10 μ L,测定芍药苷峰面积,其 RSD= 0.50%。

2.6 稳定性试验:取供试品溶液每 2 h 进样一次,共测定 6 次,结果芍药苷含量的 RSD 为 0.78%,表明供试品溶液在 10 h 内基本无变化

2.7 重现性试验:取同一批样品,称取 6 份,按拟定的含量测定方法,进行提取、分析,计算得芍药苷含量的 RSD 为 1.86%。

2.8 回收率试验:取已知含量的牛黄降压丸(含芍药苷约 1.5 mg/g) 5 份,每份 1 g,分别加入 0.22 mg/mL 芍药苷对照品溶液 5 mL,依法提取、测定,计算回收率,结果平均回收率为 97.07%, RSD= 1.04% ($n= 5$)。

2.9 样品的测定:测定了 5 批牛黄降压丸中芍药苷

的含量,结果见表 1

表 1 牛黄降压丸中芍药苷含量测定结果 ($n= 5$)

批次	芍药苷含量 / (mg $\cdot$ g ⁻¹)
1	1.51
2	1.52
3	1.50
4	1.48
5	1.49

3 讨论

3.1 提取次数的考察:采用 50% 乙醇为提取溶媒,对超声波提取不同次数所得溶液中芍药苷含量进行考察,结果提取 3 次后芍药苷含量不再变化,故本实验选择超声波提取 3 次

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

3.3 流动相的选择:曾对几组流动相系统进行选择,结果以甲醇-异丙醇-36% 醋酸-水 (25: 2: 2: 71) 最佳,芍药苷保留时间为 10 min 左右,样品中芍药苷的分离效果最好。

3.4 本实验采用 HPLC 法测定牛黄降压丸中芍药苷的含量,其提取方法简单,分析快速,精密度高,重现性好,且空白无干扰,可用于控制牛黄降压丸的质量。

References

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publishers, 1986.
- [2] Information Center of Chinese Herbal Medicines, 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.
- [3] Hu B H. *Analyse on Chinese Prescription*. (汉方制剂分析技术) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.

《药物新剂型产品、新辅料及新技术汇编》(2003 版)

本汇编针对现代药物制剂研究开发的现状,全面系统地介绍药物控制释放系统如微囊、微丸、微球、微乳等、脂质体、透皮给药系统、包含化合物等新剂型及各种产品的研发、制备工艺;详细介绍薄膜包衣技术、固体分散技术、经皮释药技术、环糊精包含技术等国内外制剂新技术和各种新型辅料的发展和应用

本汇编分为五大章:一、总论;二、各种新剂型产品的研发及工艺;三、新辅料;四、制剂新技术;五、附录。附录内容包括国内批准的已用于临床的新剂型药品、国内外申请的新剂型专利药品、药用辅料目录等。本书为大 16 开,文字近 150 万字,650 页左右,每本 352 元。

订阅的读者可直接与《中国药学文摘》编辑部联系,通讯地址:北京市西城区北礼士路甲 38 号(邮编:100810)(发行部)或北京市海淀区文慧园南路甲 2 号(编辑部)(邮编:100088);电话:(010) 62214715, 62214665 或 68313344-3803;联系人:刘晴;传真:(010) 62214715