

HPLC 法测定风湿定胶囊中欧前胡素

王乃婕¹, 石上梅², 杨 瑾³

(1. 北京中研同仁堂医药研发有限公司, 北京 100035; 2. 中国药品生物制品检定所, 北京 100050; 3. 天津中新药业乐仁堂制药厂, 天津 300080)

风湿定胶囊由八角枫、白芷等中药组成, 临床用于治疗风湿性、类风湿性关节炎, 颈肋神经痛, 坐骨神经痛等症。欧前胡素为白芷已知的主要成分。为了有效地控制该产品内在质量, 本研究建立了 HPLC 法测定该制剂中欧前胡素的方法, 效果满意。

1 仪器与试药

Agilent 1100 高效液相色谱仪; G1316A 紫外-可见检测器。欧前胡素对照品(批号: 110856-200307, 含量测定用), 由中国药品生物制品检定所提供, 风湿定胶囊由天津中新药业股份有限公司乐仁堂制药厂提供; 氯仿为分析纯, 甲醇、乙腈为色谱纯, 水为高纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Alltima ODS C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(50:50); 检测波长: 250 nm; 体积流量: 1.2 mL/min; 柱温: 23 °C。色谱图见图 1。

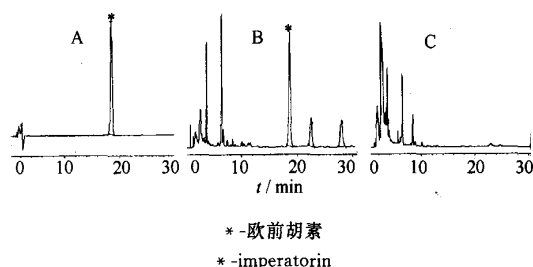


图 1 欧前胡素对照品(A)、风湿定胶囊(B)和缺白芷的阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC chromatograms of imperatorin reference substance (A), Fengshiding Capsule (B), and negative sample without *Radix Angelicae Dahuricae* (C)

2.2 对照品溶液的制备: 取欧前胡素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成 0.03 mg/mL 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品内容物 10 粒, 精密称定, 置 50 mL 量瓶中, 加氯仿适量, 超声处理 30 min, 放冷, 加氯仿稀释至刻度, 滤过。精密吸取续滤

液 10 mL, 置水浴上蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移置 5 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 作为供试品溶液。

2.4 空白对照液的制备: 按处方比例称取除白芷外其他药味, 按处方工艺制成制剂, 按供试品溶液制备法制成空白对照液, 进样测定, 结果其他药材和辅料均不干扰欧前胡素的测定。

2.5 线性关系的考察: 精密称取欧前胡素对照品 10 mg, 置 100 mL 量瓶中, 以甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品储备液。精密吸取上述对照品储备液 1、2、3、4、5 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 分别吸取 10 μL 进样, 按上述色谱条件测定。以欧前胡素的质量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 计算回归方程为 $Y = 3\,976.6 X + 0.73$, $r = 0.999\,6$ 。结果表明欧前胡素在 0.1~0.5 μg 与峰面积积分值呈良好的线性关系。

2.6 精密度试验: 取同一对照品溶液, 连续 5 次进样, 测欧前胡素峰面积积分值, 其 RSD 为 0.60%。

2.7 重现性试验: 取同一批样品(批号: 030806), 称取 5 份, 制备供试品溶液, 进样, 测定, 结果欧前胡素的质量分数为 72.9 μg/粒, RSD 为 1.82%。

2.8 回收率试验: 取批号为 030806 的样品 5 份, 每份 5 粒, 取内容物精密称定(含欧前胡素的 0.037 mg), 分别精密加入 1 mL 0.038 mg/mL 欧前胡素对照品溶液, 制备供试品溶液, 测定, 计算加样回收率, 结果平均回收率为 99.07%, RSD 为 1.04%。

2.9 样品测定: 取不同批号样品制备供试品溶液, 精密吸取供试品溶液、对照品溶液各 10 μL, 注入高效液相色谱仪, 进行测定, 结果见表 1。

表 1 风湿定胶囊中欧前胡素的测定结果 ($n=3$)

Table 1 Imperatorin in Fengshiding Capsule ($n=3$)

批 号	欧前胡素/(μg·粒 ⁻¹)
030806	72.87
030807	73.34
030808	73.17

3 讨论

欧前胡素在氯仿中溶解度最大,分别考察了氯仿浸泡24 h、氯仿回流提取1 h、氯仿超声提取30 min、氯仿超声提取1 h,结果以氯仿超声提取30 min最完全。

对欧前胡素对照品采用紫外分光光度法测定吸

收波长,分别在300、249、223 nm处有吸收,其中249 nm为最大吸收波长,故选择250 nm作为测定波长。

本测定方法方便、快速、专属性及重线性好,结果准确可靠,可用于该制剂的质量控制。

小儿葫芦散的质量标准研究

苏强¹, 王瑞明¹, 李晋生¹, 李先荣¹, 范永强², 宋守才², 卢建亚²

(1. 山西省中医药研究院, 山西 太原 030012; 2. 山西泰源药业有限公司, 山西 太原 030031)

小儿葫芦散由化橘红、茯苓、鸡内金、天麻、川贝母及冰片等药味组成,用于治疗小儿痰喘咳嗽、脘腹胀满、吐乳不食以及惊风等症。本研究旨在建立其主要药味化橘红、天麻及冰片的薄层鉴别方法,采用HPLC法定量化橘红中柚皮苷,为制剂的质量监控提供依据。

1 仪器与试剂

HP1100 高效液相色谱仪,包括 HP G1322A 真空脱气泵、HP G1311A 四元泵、HP G1313A ALS 自动进样器、HP G1315 DAD 二级管阵列检测器、HP Chemstation system 化学工作站;SB 3200 超声波处理器(上海必能信仪器厂),BP211D 电子天平(德国赛多利斯),939 薄层制板器(重庆南岸贝尔德制造技术厂)。

小儿葫芦散由山西泰源药业有限公司提供;柚皮苷(批号:0722-9805,供含量测定用)、天麻素、龙脑对照品均购自中国药品生物制品检定所。甲醇为色谱纯,水为重蒸馏水,其他试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 化橘红的鉴别:取本品2 g,加乙醚30 mL,超声处理10 min,取出,滤过,乙醚液备用。药渣挥尽乙醚,加水饱和的正丁醇20 mL,超声处理25 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇适量溶解,加入已处理好的中性氧化铝(100~200目)2 g,拌匀,水浴上挥干甲醇,移入小柱(内径1.5 cm)内,用甲醇洗脱至洗脱液无色,收集洗脱液,挥干。残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取柚皮苷对照品,加甲醇制成0.4 mg/mL溶液,作为对照品溶液。再按处方取不含化橘红的其他药味,照本品工艺及上述供试品制备方法,制成阴性对照溶液。吸取上述3种溶

液各10 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-甲酸-水(10:2:3)上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铝试液,置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,阴性对照无干扰。见图1-A。

2.2 天麻的鉴别:取2.1项下溶液作为供试品溶液。另取天麻素对照品,加甲醇制成1 mg/mL的溶液,作为对照品溶液。再按处方取不含天麻的其他药味,同法制成阴性对照溶液。吸取上述供试品溶液、阴性对照品溶液各10 μ L,对照品溶液5 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶G薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(8:1:3:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸试液,110 $^{\circ}$ C烘烤至显色清晰,日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。见图1-B。

2.3 冰片的鉴别:取2.1项下乙醚液,挥干,残渣加醋酸乙酯1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取龙脑对照品,加醋酸乙酯制成1 mg/mL的溶液,作为对照品溶液。再取不含冰片的其他药味,同法制成阴性对照品溶液。吸取上述3种溶液各5 μ L,分别点于同一含羧甲基纤维素钠的硅胶G薄层板上,以苯-醋酸乙酯(19:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%香草醛硫酸溶液,110 $^{\circ}$ C烧烤至显色清晰,日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。见图1-C。

3 柚皮苷的测定

3.1 色谱条件:色谱柱:以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(250 mm $\times$ 4.6 mm);流动相:甲醇-1%冰