

高效液相色谱法测定芒果止咳片中鱼腥草素钠

田 辉, 陈卫卫, 蔡 毅

(广西中医学院, 广西南宁 530001)

芒果止咳片由芒果叶干浸膏、鱼腥草素钠和马来酸氯苯那敏经适当的加工制成, 有宣肺化痰、止咳平喘的功效, 用于咳嗽、气喘、多痰等。原质量标准中没有定量测定, 为了更好地控制芒果止咳片的质量, 本实验建立反相高效液相色谱法测定芒果止咳片中鱼腥草素钠, 为芒果止咳片质量控制提供科学依据。

1 仪器与药品

Waters 高效液相色谱仪(515 泵×2, 2487 检测器, 717 自动进样器, TCM 柱温箱), Millennium 32 色谱工作站, Sartorius BP221S 电子天平。

芒果止咳片(广西中医学院制药厂); 鱼腥草素钠对照品(中国药品生物制品检定所提供, 高效液相色谱法归一化质量分数为 99.65%); 甲醇为色谱纯, 水为超纯水, 其余试剂均为 AR 级。

2 方法与结果

2.1 色谱条件: Agilent Eclipse XDB-C₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相: 甲醇-水-四丁基氢氧化铵(70:30:0.3); 体积流量为 1 mL/

min; 检测波长: 286 nm; 柱温: 45 ℃。上述色谱条件下进样 20 μL, 记录色谱图, 鱼腥草素钠的保留时间约为 19 min, 理论塔板数以鱼腥草素钠计为 6 700。

2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液的制备: 精密称取鱼腥草素钠对照品 10.32 mg, 置 200 mL 量瓶中, 加流动相使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备: 精密称取样品细粉 0.5 g, 置 200 mL 量瓶中, 加流动相使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 续滤液作为供试品溶液。

2.2.3 阴性对照溶液的制备: 取处方除鱼腥草素钠以外的其余药材及药品, 按工艺制法项下制成缺鱼腥草素钠的阴性对照样品。取阴性对照样品 0.5 g, 按供试品溶液的制备方法制成缺鱼腥草素钠的阴性对照溶液。

2.3 干扰试验: 取上述 3 种溶液分别测定, 结果阴性对照溶液在鱼腥草素钠峰相应的保留时间处无吸收峰, 表明处方中其他成分对测定无干扰(图 1)。

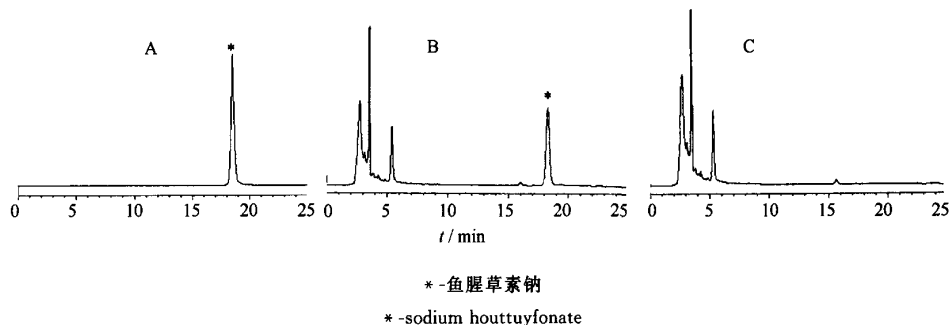


图1 鱼腥草素钠对照品(A)、芒果止咳片(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图

Fig. 1 HPLC Chromatograms of sodium houttuynonate reference substance (A), Mangguo Zhike Tablets (B), and negative sample (C)

2.4 线性关系考察: 在上述色谱条件下, 精密吸取对照品溶液 5、10、20、30、40 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定。进样量(X)与峰面积(Y)进行线性回归分析得回归方程为 $Y = 4\,448\,141.64 X - 28\,283.08$, $r = 0.999\,97$ 。结果鱼腥草素钠在 0.258~2.064 μg 与峰面积线性关系良好。

2.5 精密度试验: 精密吸取供试品溶液, 重复进样 5 次, 每次 20 μL, 鱼腥草素钠峰面积 RSD 为 0.1%。

2.6 重现性试验: 取 040125 批样品 5 份, 制备供试品溶液, 吸取供试品溶液 20 μL, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 测定鱼腥草素钠的质量分数, 计算得 RSD 0.64%。

2.7 稳定性试验:取供试品溶液放置 0、2、8、12、24 h,测定鱼腥草素钠的质量分数,计算得 RSD 0.59%。

2.8 回收率试验:精密称取 040125 批样品(含鱼腥草素钠 9.92 mg/片)约 0.25 g,共 6 份,置 200 mL 量瓶中,分别精密加入 49.84 $\mu\text{g/mL}$ 鱼腥草素钠的对照品液 10 mL,制备供试品溶液,测定,计算回收率。结果平均回收率为 98.95%,RSD 为 0.47%。

2.9 样品测定:将对照品溶液及供试品溶液 20 μL 分别注入液相色谱仪,记录色谱图。以外标法计算样品中鱼腥草素钠的质量分数,结果见表 1。

表 1 芒果止咳片中鱼腥草素钠的测定结果 ($n=2$)

Table 1 Determination of sodium houttuysfonate in Mangguo Zhike Tablets ($n=2$)

批 号	鱼腥草素钠/(mg·片 ⁻¹)	RSD/%
040125	9.92	0.1
040518	9.68	0.4
040519	9.73	0.8

3 讨论

比较了甲醇-水、甲醇-水-三乙胺、甲醇-水-四丁

基氢氧化铵 3 种流动相系统,结果发现后者具有最佳的分离效果。

选择检验波长时,参考文献报道^[1]为 286 nm。供试品溶液制备时如果用回流、超声等常规提取工艺,会导致药中其他成分溶出,干扰测定。由于鱼腥草素钠在流动相中极易溶解,所以供试品溶液的制备是直接加入流动相溶解。

文献报道鱼腥草素钠的测定方法有紫外法^[1]、碘滴定法^[2]和气相色谱法^[3]。由于芒果止咳片为复方中药制剂,成分复杂,其他成分对测定有干扰。采用气相色谱法时为使鱼腥草素钠在碱性溶液中分解,故提取癸酰乙醛进行测定,但癸酰乙醛本身性质不稳定,导致测定结果误差较大,且测定操作繁琐,加大在日常质量控制中的难度和工作量。因此本实验采用高效液相色谱法测定鱼腥草素钠,操作更简便,重现性及精密度更好,能更好地控制药品质量。

Reference:

[1] *Materia Medica Standards of State Drug Administration* (国家药品监督管理局药品标准) [S]. 2002.

苯酚-硫酸法测定固元胶囊中多糖

钱松祥¹, 石森林², 潘水珍³

(1. 浙江省中医院, 浙江 杭州 310002; 2. 浙江中医学院, 浙江 杭州 310013;

3. 浙江康莱特制药集团有限公司, 浙江 杭州 310018)

固元胶囊由固元片剂改成,含黄芪、人参等多味中药,其有效成分主要为多糖。为了有效的控制质量,保证制剂的安全有效,本实验采用苯酚-硫酸法测定固元胶囊中多糖。

1 仪器与试剂

751—GW 紫外-可见分光光度计(上海第一分析仪器厂与惠普合资公司),SCQ—250 超声波清洗器,宁波埃美柯),葡萄糖对照品(中国药品生物制品检定所)。

苯酚试剂(取苯酚 100 g,加铝片 0.1 g 和碳酸氢钠 0.05 g,蒸馏,收集 182 $^{\circ}\text{C}$ 馏份)。固元胶囊(自制),所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 溶液的制备

2.1.1 对照品溶液的制备:称取无水葡萄糖对照品

适量,加水溶解制成 12 $\mu\text{g/mL}$ 的对照品溶液。精密量取对照品溶液 2.0 mL,置具塞试管中,加 4% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 7.0 mL,摇匀,置 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 30 min,取出,置冰水浴中放置 5 min,取出,作为对照品溶液。

2.1.2 供试品溶液的制备:取本品内容物,研细,精密称取 0.1 g,置 50 mL 量瓶中,加蒸馏水 40 mL,置预先加热至 50 $^{\circ}\text{C}$ 之下的超声器中^[1],超声提取(250 W、50 kHz) 30 min;超声结束后,待冷至室温,加蒸馏水至刻度,摇匀,离心(5 000 r/min) 15 min,精密量取上清液 2 mL,置 100 mL 量瓶中,加蒸馏水至刻度,混合均匀。精密量取 2.0 mL,置具塞试管中,加 4% 苯酚溶液 1 mL,混匀,迅速加入硫酸 7.0 mL,摇匀,置 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 30 min,取出,置冰水浴中放置 5 min,取出,作为供试品溶液。