

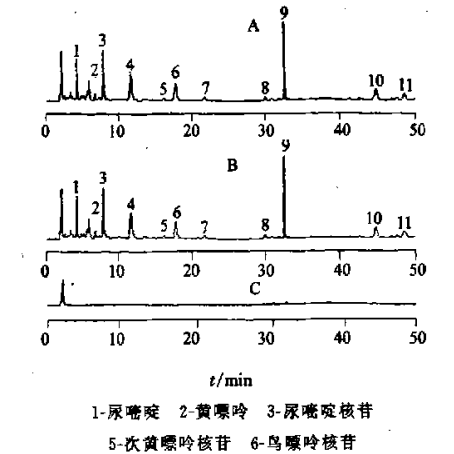


图 1 小半夏汤(A)、半夏药材(B)和生姜药材(C)的 HPLC 指纹图谱

Fig. 1 HPLC Fingerprint of Xiaobanxia Decoction (A), *Rhizoma Pinelliae* (B), and *Rhizoma Zingiber Recens* (C)

类成分,于是采用 HPLC-PDA 法对该方成分进行检测。同时,为确认小半夏汤中上述 5 种核苷类成分的存在,采用了甲醇-水(2:98)、乙腈-0.2%三乙胺(磷酸调 pH 3.5)(1:50)的色谱系统,并经紫外区全波长扫描,结果发现在这两种洗脱条件下,供试品溶液中该 5 种成分的保留时间及紫外光谱与各相对应的对照品完全一致。

3.2 参照物的选择:由于鸟嘌呤核苷的量相对较高(其面积占总峰面积的 5%以上),保留时间在整个色谱图中处的位置又比较恰当。因此,本实验以鸟嘌呤核苷为参照物。

3.3 色谱条件的选择

3.3.1 色谱柱的选择:比较了不同品牌的色谱柱对各峰分离度的影响,结果 Intersil、Kromasil 及 Lichrospher 等都能使各成分得到较好分离,考虑到汉邦公司的 Lichrospher 色谱柱价廉易得,适用范围广,故使用该品牌色谱柱进行试验。

3.3.2 流动相的选择:比较了甲醇-水、甲醇-水-醋酸、甲醇-水-磷酸、甲醇-水-磷酸盐、乙腈-水、乙腈-水-醋酸、乙腈-水-三乙胺系统对出峰的数目及各峰分离度的影响,结果发现,使用乙腈-水、甲醇-水、乙腈-水-三乙胺系统,调整梯度洗脱程序,都能使各峰达到良好的分离;由于乙腈-水系统操作简单,出峰较多,因此本实验采用乙腈-水系统进行程序洗脱。

3.3 本实验中所得 10 批小半夏汤中所含各成分的量存在较大差异,各成分之间量上并不成恒定的比例关系。原因可能在于不同批次间所用原料药材的产地、采收季节、炮制加工及制剂制备过程中工艺的些微差异有关。在本实验对收集的 9 批半夏药材进行的研究中发现其所含成分的量上确实存在很大差异。

3.4 本实验采用梯度洗脱,在对溶剂和供试品溶液分别在该色谱条件下进行研究时发现,供试品溶液中的成分峰基本都集中在 50 min 之前,50 min 以后的峰大都是溶剂梯度峰,因此本实验出具的色谱图均为 50 min 的色谱图。

References:

- [1] Chen D, Wu C F, Huang Li, et al. Effect of Xiaobanxia Tang on small intestinal transit in mice [J]. *Pharmacol Clin Chin Mater Med* (中药药理与临床), 2003, 19(2), 6~8.
- [2] Sticher O. Quality of ginkgo preparation [J]. *Planta Med*, 1993, 59, 2~11.
- [3] Wu H, Li W, Zhang K W, et al. Distinctive compound in rhizome of *Pinellia ternata* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2003, 28(9), 836~839.

鼻通喷雾剂的质量标准研究

张 何¹, 史公良², 张景云¹, 韩 健¹, 何晓明¹, 崔培红¹, 赵余庆^{3*}

(1. 辽宁中医药大学职业技术学院, 辽宁 沈阳 110101; 2. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 沈阳 110032;

3. 沈阳药科大学, 辽宁 沈阳 110016)

摘 要:目的 建立鼻通喷雾剂的质量标准。方法 对制剂中细辛、菊花和冰片采用薄层色谱法进行定性鉴别;采用 HPLC 法测定制剂中欧前胡素。结果 薄层色谱法能检出细辛、菊花和冰片;欧前胡素在 0.0723 2~0.361 6 μg 与峰面积具有良好的线性关系,平均回收率为 98.59%,RSD 为 1.04%。结论 建立的方法简便、准确、可靠,重现性好,可作为该制剂的质量标准。

收稿日期:2007-02-21

基金项目:辽宁省科学计划项目(2002226)

* 通讯作者 赵余庆 Tel: (024) 23986522 E-mail: zyq4885@126.com

关键词:鼻通喷雾剂;薄层色谱;高效液相色谱;欧前胡素

中图分类号:R286.02

文献标识码:B

文章编号:0253-2670(2007)10-1495-03

Quality standard of Bitong Spray

ZHANG He¹, SHI Gong-liang², ZHANG Jing-yun¹, HAN Jian¹, HE Xiao-ming¹,

CUI Pei-hong¹, ZHAO Yu-qing³

(1. Professional and Technical College, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Shenyang 110101, China; 2. College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Shenyang 110032, China;

3. Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China))

Key words: Bitong Spray; TLC; HPLC; peulustrin

鼻通喷雾剂是由鹅不食草、辛夷、白芷等9味药材制成,始载于《慈禧光绪医方选议》,再在其基础上加冰片、菊花而成。具有清热凉血、通鼻止痛的功效。为控制产品质量,确保临床疗效,本实验建立了辛夷、菊花、冰片的薄层色谱鉴别,并采用高效液相色谱法对主药白芷的有效成分欧前胡素进行测定。

1 材料与仪器

日立L-7100 高效液相色谱仪,日立L-7400 紫外检测器,AS3120A 超声波清洗器(天津奥赛恩斯仪器有限公司),TG328A 全机械加码分析天平(上海天平仪器厂),电子恒温水浴锅(天津市斯泰特仪器有限公司),TG322A 分析天平(上海天平仪器厂),RE-52A 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂)。

欧前胡素对照品(批号:11826-200410,中国药品生物制品检定所),冰片对照品(批号:110743-200303,中国药品生物制品检定所),辛夷和菊花由辽宁中医药大学药学院翟延君教授鉴定,辛夷为木兰科植物望春花 *Magnolia biondii* Pamp. 的干燥花蕾,菊花为菊科植物菊 *Chrysanthemum morifolium* Ramat. 的干燥头状花序,乙腈(色谱纯),95%乙醇、石油醚(60~90℃)等均为分析纯。鼻通喷雾剂(自制,每瓶25 mL)。

2 薄层色谱鉴别

2.1 阴性液的制备:按鼻通喷雾剂处方组成,分别取除去辛夷、菊花和冰片以外的其他药材,按样品制备方法制成辛夷阴性液、菊花阴性液和冰片阴性液。

2.2 辛夷的 TLC 鉴别:取本品5 mL,置蒸发皿中,水浴蒸干,加甲醇溶解,定容至2 mL,摇匀,作为供试品溶液,另取辛夷对照药材0.8 g,加氯仿10 mL,密塞,超声30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿2 mL使溶解,制成对照药材溶液。吸取供试品溶液及对照品溶液各10 μ L,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上,以环己烷-醋酸乙酯(9:1)为展开剂^[1],展开,取出,晾干,喷以

10%硫酸-乙醇溶液,于105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性液无干扰(图1-A)。

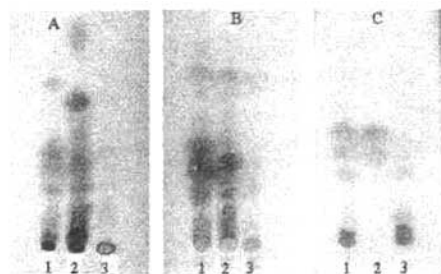
2.3 菊花的 TLC 鉴别:取本品5 mL,置蒸发皿中,水浴蒸干,加甲醇溶解,定容至2 mL,摇匀,作为供试品溶液。另取菊花对照药材2 g,加乙醚10 mL,密塞,超声20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加醋酸乙酯2 mL使溶解,制成对照药材溶液。吸取上述两种溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(9:1)为展开剂^[1],展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸-乙醇溶液,于105℃加热至斑点显色清晰,放冷。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性液无干扰(图1-B)。

2.4 冰片的 TLC 鉴别:取本品5 mL,置蒸发皿中,水浴蒸干,加甲醇溶解,定容至2 mL,摇匀,作为供试品溶液。取冰片0.2 g,加甲醇溶解,定容至2 mL,摇匀,作为对照品溶液。吸取供试品溶液及对照品溶液各10 μ L,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上,以环己烷-醋酸乙酯(9:1)为展开剂^[1],展开,取出,喷以5%香草醛-硫酸溶液,于105℃加热至斑点显色清晰。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,冰片阴性液无干扰(图1-C)。

3 欧前胡素的 HPLC 法测定

3.1 色谱条件:色谱柱以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;柱温:25℃;流动相:乙腈-磷酸三乙胺水溶液(51:49);检测波长:302 nm;体积流量:1.0 mL/min。此条件下欧前胡素与相邻峰达到充分分离,色谱图见图2。

3.2 对照品溶液制备:精密称取在五氧化二磷干燥24h的欧前胡素对照品适量。加甲醇溶解,制成18.08 μ g/mL溶液,作为对照品溶液(溶液应在棕色瓶中配制)。



1-鼻通喷雾剂 2-对照药材 3-空白对照
1-Bitong Spray 2-reference crude drug 3-negative sample

图1 鼻通喷雾剂中辛夷(A)、菊花(B)和冰片(C)的薄层色谱图

Fig. 1 TLC Chromatograms of *Herba Asari* (A), *Flos Chrysanthemi* (B), and *Borneolum Syntheticum* (C) in Bitong Spray

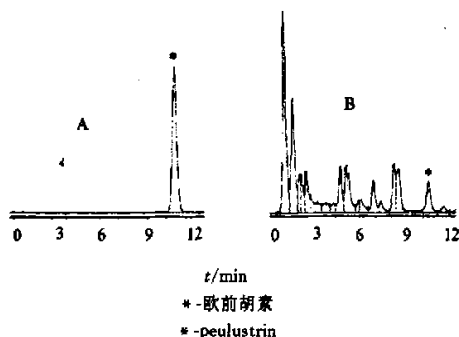


图2 欧前胡素对照品(A)和鼻通喷雾剂(B)的HPLC图
Fig. 2 HPLC chromatograms of peulustrin reference substance (A) and Bitong Spray (B)

3.3 供试品溶液制备:取本品5 mL,置蒸发皿中,水浴蒸干,用15 mL水溶解,加石油醚(60~90℃)萃取3次,每次5 mL,回收石油醚至干,加甲醇定容至2 mL。溶液经微孔滤膜(0.45 μm)滤过,滤液备用。

3.4 标准曲线制备:分别精密吸取对照品溶液4、8、12、16、20 μL溶液,注入液相色谱仪中,测定色谱峰面积。以进样量为横坐标,色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,经线性回归,得回归方程 $Y = 2134134X + 2627.2$, $r = 0.9999$ 。由测定结果提示,欧前胡素进样量在0.07232~0.3616 μg线性关系良好。

3.5 稳定性试验:精密取同一供试品溶液10 μL,按0、2、4、6、8、10 h时间间隔分别进样分析,测定色谱峰面积,得欧前胡素色谱峰面积RSD为1.35%。供试品溶液制备后10 h内测定,色谱峰面积无明显变化,在此时间内,待测组份化学性质稳定。

3.6 精密度试验:分别精密吸取同一供试品溶液10 μL,连续进样5次,按前述色谱条件进行分析,测定欧前胡素色谱峰面积,其RSD为0.80%。

3.7 重现性试验:取本品溶液6份,按供品溶液制备方法制备,分别进样5 μL,按前述色谱条件进行分析,测定欧前胡素色谱峰面积,计算其质量分数, RSD为1.4%。

3.8 加样回收率试验:精密吸取批号为20050420,含欧前胡素7.25 μg/mL样品5份每份2.50 mL,再精密加入欧前胡素对照品溶液(18.08 μg/mL)各0.90 mL,按3~3adm方法制备及上述色谱条件测定,计算,平均回收率为98.59%,RSD为1.04%。

3.9 样品的测定:采用标准曲线法测定3批样品中欧前胡素的质量分数,测定结果见表1。

表1 样品中欧前胡素测定结果(n=3)

Table 1 Determination of peulustrin in samples (n=3)

批号	欧前胡素/(μg·mL ⁻¹)	RSD/%
20050418	7.70	1.89
20050420	7.20	0.95
20050422	7.94	2.04

4 讨论

关于白芷中欧前胡素的测定方法有薄层扫描法、高效相色谱法。由于本品组分复杂,干扰因素较多,故参考相关文献报道^[2]选用高效液相色谱法对方中白芷的有效成分欧前胡素进行测定,灵敏度高、分离度好,能起到控制本品内在质量的目的。

References:

- [1] Lü W Q. Identification of chinese Med, cinal Materials in Chinese Traditional Patent Medicine by Thin-layer Chromatography (中成药中的药材薄层色谱鉴别) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1997.
- [2] Chen F Q. Determination of Active Component in General Chinese Traditional Herbal Drugs (常用中草药有效成分含量测定) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1997.

欢迎订阅《中国现代应用药学》杂志

《中国现代应用药学》杂志是由中国药学会主办、中国科协主管、国内外公开发行的全国性科技期刊,栏目设有论著、综述、专栏,专栏包括中药与天然药、药物化学、药剂、药物分析与检验、医院药学、不良反应、信息等。本刊为双月刊,大16开本,每期订价15.00元。

编辑部地址:杭州市中河中路250号改革月报大楼10楼,邮编:310003。

电话:0571-87297398 传真:0571-87245810 E-mail:XDYD@chinajournal.net.cn