

鼻渊灵冲剂的制备及质量控制

周健, 陈志明, 周本宏, 刘刚(武汉大学人民医院药学部, 湖北 武汉 430060)

摘要: **目的** 建立鼻渊灵冲剂的质量控制标准。 **方法** 采用薄层色谱法进行定性鉴别, 用 HPLC 法对黄芩苷进行含量测定。 **结果** 薄层定性条件适合, 斑点清晰, HPLC 定量方法分离效果好, 线性范围 $10 \sim 50 \text{mg/L}$ ($r = 0.9998$), 平均回收率 99.13% , $\text{RSD} = 1.12\%$ 。 **结论** 本法简便、快速、准确, 可作为鼻渊灵冲剂的质量控制方法。
关键词: 鼻渊灵冲剂; 黄芩苷; 高效液相色谱法

Study on the quality standards of Biyuanlin granules

ZHOU Jian, CHEN Zhi-ming, ZHOU Ben-hong, LIU Gang(*Department of Pharmacy, The People Hospital of Wuhan Univer-*

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish the quality control standrad of Biyuanlin granules. **METHOD** TLC and HPLC were used for the identification and determination respectively. **RESULTS** TCL was suitable for qualitative judgments with the spots showed clearly. HPLC essay developed was found to be linear for Baicalin $10 \sim 50\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ with correlation coefficients was 0.9998, the mean recovery was 99.13% and the RSD was 1.12%. **CONCLUSION** This method is rapid, simple and accurate.

KEY WORDS: Biyuanlin granules; Baicalin; HPLC

鼻炎、鼻窦炎是一种常见多发病,具有病程缠绵,反复发作的特点,严重影响患者的工作和生活。我院制剂鼻渊灵冲剂在临床使用近 20 年,对治疗慢性鼻炎、鼻窦炎有独特的疗效。本文对鼻渊灵冲剂的质量标准进行了研究,现报道如下。

1 处方与制备

本品由苍耳、金银花、薄荷、黄芩、甘草、玄参、辛夷、白芷、丝瓜络、桑皮等 10 味中药组成。

1.1 挥发油提取

按处方比例称取辛夷、白芷、金银花、薄荷,置减压浓缩罐内提取至无油滴,将初馏液减压重蒸馏,加氯化钠使过饱和,放置一夜,用乙醚萃取油层,回收乙醚,得挥发油。

1.2 稠浸膏制备

按处方比例称取苍耳、黄芩、甘草、玄参、丝瓜络、桑皮与提取挥发油所剩药渣混合,以 10 倍量水煎煮 2h,过滤,滤渣再用 8 倍量水煎煮 1.5h,过滤,合并滤液,放置过夜,浓缩至比重 1.23,加入乙醇至含醇量 70%,醇沉 24h,过滤,回收乙醇并浓缩至适当体积。

1.3 制粒干燥

将稠浸膏制粒干燥后,置适当容器中,将挥发油均匀喷洒在颗粒上,混匀后密封 2~3d,包装即得。

2 仪器与试剂

岛津 LC 9A 高效液相色谱仪,SPD 6AV 紫外检测器,C-

R2AX 数据处理机;黄芩苷对照品、甘草酸铵对照品(中国药品生物制品检定所);鼻渊灵冲剂(武汉大学人民医院自制制剂);所用试剂甲醇为色谱醇,其他均为分析醇。

3 性状

本品为棕褐色颗粒,味甜微苦。

4 鉴别

4.1 白芷的鉴别

符合中国药典白芷鉴别项中有关规定^[1]。

4.2 甘草的鉴别

取本品约 4g,加盐酸 2mL 与氯仿 30mL 加热回流 1 h,放冷过滤,滤液蒸干,残渣用乙醇定容至 5mL,作为供试品溶液。另取甘草酸铵对照品的甲醇溶液 1mg/mL 作为对照品溶液。将上述两种溶液点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以正丁醇:3mol/LNaOH:乙醇(5:2:1)为展开剂展开,取出晾干,在紫外灯 254nm 下检测,供试品溶液与对照品溶液相应位置显相同紫色斑点。

5 含量测定

5.1 色谱条件^[2~5]

采用 Zorbax SB 18 柱(4.6mm × 250mm, 5μm),流动相:甲醇-水-冰醋酸(35:65:1),流速:1.0mL · min⁻¹,检测波长为 276nm, AUF = 0.01,测得黄芩苷对照品、样品、阴性对照色谱图见图 1。黄芩苷保留时间约为 7.41。

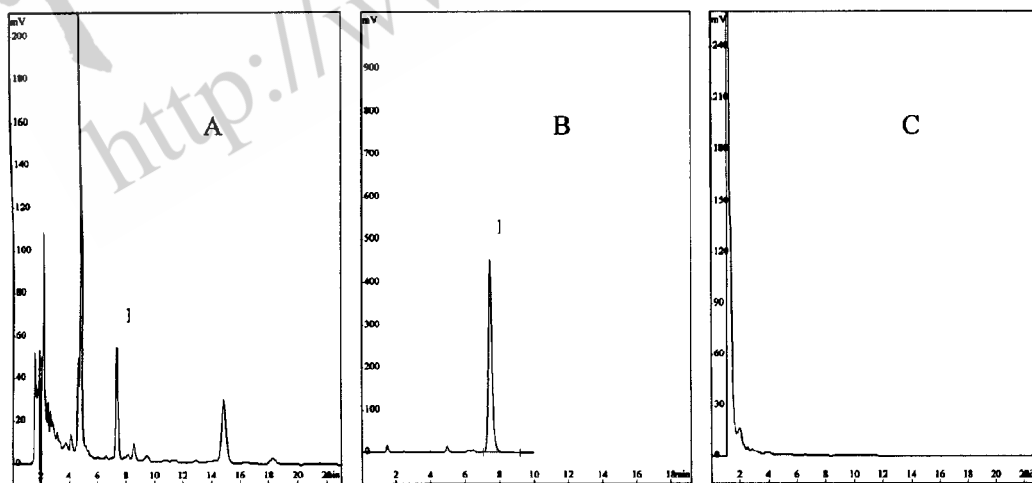


图 1 鼻渊灵冲剂高效液相色谱图

Fig 1 HPLC chromatogram of Baicalin

A 样品;B 对照品;C 阴性对照;1. 黄芩苷

5.2 标准曲线的制备

精密称取黄芩苷对照品,加 50% 甲醇制成 $0.1\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$

的对照品溶液。精密吸取黄芩苷对照液 1,2,3,4,5mL 分别置 10mL 量瓶中,加 50% 甲醇定容,分别进样 10 μ L,测定吸收峰面积,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行线性回归,得回归方程: $A = 1.34 \times 10^6 C + 3.6 \times 10^3$, $r = 0.9998$ ($n = 3$),结果表明,在 10 ~ 50mg $\cdot$ L⁻¹ 范围内线性关系良好。

5.3 精密度试验

精密吸上述对照品溶液 10ul,重复进样 5 次,记录峰面积,RSD = 1.48%。

5.4 稳定性试验

取样品供试液分别于 0,6,12,24,48h 进样 10ul,测定。相应峰面积及保留时间基本不变,表明样品供试液在 48h 内稳定性良好。

5.5 重复性试验

取同一批号康复胶囊样品,按供试品溶液制备方法制备 5 份,依法测定,RSD = 1.78%。

5.6 回收率试验

精密量取已测得黄芩苷含量的样品约 5g,分别加入黄芩苷对照品适量,按“样品测定”项下操作进行回收率试验,结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果

Tab 1 Results of recovery

样品 (g)	加入量 (mg)	理论量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
4.9965	2.03	5.55	5.51	99.28		
5.0102	2.03	5.56	5.61	100.90		
5.0066	2.03	5.56	5.50	98.92	99.13	1.12
4.9991	2.03	5.55	5.48	98.73		
5.0113	2.03	5.56	5.44	97.84		

5.7 样品的含量测定

取样品约 5g 精密称定,置索氏提取器中,加甲醇 50mL,回流提取 2h,将回流液置 50mL 容量瓶中加甲醇至刻度。精密吸取 2mL 置 5mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,放置过夜,用 0.45 μ m 微孔滤膜过滤,即得。取 10 μ L 进样,结果 5 批样品的平均含量为 0.7042kg/g, RSD = 0.07%。

6 讨论

6.1 甘草皂苷以钾盐或钙盐的形式存在于甘草中,其盐较易溶于水,于水溶液中加稀酸,即可析出游离的甘草酸,用氯仿回流提取,可将游离的甘草酸与其它成分分离。

6.2 鼻渊灵冲剂系中药复方制剂、具有成分多,色素重等特点,因此,样品在进入色谱仪前,应将样品置索氏提取器中,提取处理后方能进入色谱仪,否则样品无法分离。

参考文献

[1] 中国药典 2000 版一部[M].
[2] 徐国兵,关荣才。RP-HPLC 测定化淤祛斑胶囊中黄芩苷的含量[J],中国药学杂志,2002,37(2):133.
[3] 仇峰,何仲贵,程杉等。RP-HPLC 法测定兔血浆中黄芩苷含量[J],沈阳药科大学学报 2002,19(3):189.
[4] 韩梅海,成爱华。高效液相色谱法测定槐角丸中黄芩苷含量[J],山东中医药大学学报,2002,26(2):143.
[5] 郭志敏,周声。高效液相色谱法测定清热解毒糖浆中黄芩苷的含量[J],中医药信息,2000,(3):70.

收稿日期:2004-07-12