

鼻渊软胶囊中大叶茜草素的含量测定

★ 叶资萍¹ 苑洪忠² 赵凯² (1. 江西省新余市中医院 新余 338025 2. 河北凯盛医药科技有限公司 石家庄 050091)

关键词: HPLC; 鼻渊软胶囊; 大叶茜草素

中图分类号: TQ 460.7⁺2 文献标识码: B

鼻渊软胶囊由苍耳子、辛夷、金银花、茜草、野菊花等中药组成,具有清热毒、通鼻窍之功效。临床用于慢性鼻炎及鼻窦炎。大叶茜草素为蒽醌类化合物,是鼻渊软胶囊中主要有效成分之一,为加强本品的质量控制,选择 HPLC 法对大叶茜草素成分进行了含量测定。

1 仪器、试剂

高效液相色谱仪包括 LC-10ATvp 型溶剂输送泵, SPD-10ATvp 型紫外可见检测器(日本岛津);色谱柱为 C18 色谱柱(250 mm × 4.6 mm);KQ3200 型超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司),TGL-16G 高速台式离心机(上海安亭科学仪器厂)。大叶茜草素对照品(中国药品生物制品检定所,批号:084-200102)。鼻渊软胶囊,自制(批号 050301、050302、050303);甲醇为色谱纯;水为纯净水;其它试剂均为分析纯。

2 实验方法和结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil-C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm I.D.) 柱温: 30 ℃; 流动相: 甲醇-水-四氢呋喃(344: 56: 3); 流速: 1 mL · min⁻¹; 检测波长: 246 nm; 灵敏度: 0.5 AUFS。理论塔板数以大叶茜草素峰计应不低于 4 000。

2.2 供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品,倾出内容物,混匀,取约 0.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加甲醇 20 mL,称定重量,加热回流 30 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,离心(1 200 r/min, 5 分钟),取上清液,作为供试品溶液。

2.3 对照品溶液的制备 精密称取大叶茜草素对照品 4.30 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,制成 1 mL 含 43 μg 的溶液,作为对照品溶液。

2.4 阴性对照液的制备 按比例称取药材,按工艺要求制成成品不含茜草的软胶囊,按 2.3 项下方法操作,制得阴性对照液。

2.5 方法学考察

2.5.1 线性关系考察 精密量取 2.4 项下对照品溶液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL,加甲醇定溶于 10 mL 量瓶中,摇匀。在上述色谱条件下,依次进样,每次 20 μL。以大叶茜草素浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,并计算线性回归方程为 $Y = 5\,267.1X + 681.7$, $r = 0.999\,7$,结果表明在 0.086 ~ 0.86 μg 范围内,大叶茜草素峰面积值与浓度有良好的线性关系。

2.5.2 空白试验 精密吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定。结

果阴性对照液在于大叶茜草素对照品相同保留时间处未显色谱峰,故认为无干扰。

2.5.3 精密度试验 精密吸取浓度为 17.2 μg/mL 的对照品溶液 20 μL,注入液相色谱仪,测定峰面积,连续测定 6 次,结果大叶茜草素峰的 RSD 为 1.3% ($n = 6$) 表明仪器精密度良好。

2.5.4 稳定性试验 取供试品溶液,在 8 小时内分别进样 5 次(0, 2, 4, 6, 8 小时),结果大叶茜草素的 RSD 为 0.41%,表明供试品在 8 小时内稳定。

2.5.5 重复性试验 按上述方法对批号为 050301(平均装量为 0.543 4 g)的样品进行提取测定,共测定 6 份。结果大叶茜草素的平均含量为 0.39 mg/粒, RSD 为 0.27%,表明该方法重现性良好。

2.5.6 回收率试验 采用加样回收法,取批号为 030701 的样品(含大叶茜草素 0.717 mg · g⁻¹)约 0.25 g,精密称定,分别加入对照品溶液,照“供试品溶液制备”项下操作,测定,以下式计算方法的回收率,结果平均回收率为 98.0%, RSD = 1.07% ($n = 9$)。

2.6 含量测定 制备 3 批样品的供试品溶液,吸取对照品溶液、供试品溶液各 20 μL,注入液相色谱仪,测定峰面积,用外标法计算样品中大叶茜草素的含量($n = 3$),结果见表 1。

表 1 样品中大叶茜草素的含量($n = 3$)

批号	平均含量(mg/粒)	RSD(%)
050301	0.39	1.25
050302	0.40	0.88
050303	0.38	1.07

3 讨论

3.1 本实验供试品溶液制备中比较了四种提取溶剂 甲醇、70% 甲醇、乙醇、70% 乙醇,三种提取方法:超声、回流、振摇提取,同时对不同时间的提取效果进行比较。结果表明:样品经甲醇回流提取 30 分钟后,大叶茜草素可提取完全,故样品采用甲醇回流提取 30 分钟,制备供试品溶液。

参照《中国药典》,最终选择甲醇-水-四氢呋喃(344: 56: 3)为流动相,大叶茜草素在此溶液中最大吸收在 246 nm,实验结果表明,在此条件下大叶茜草素的保留时间适宜,与相邻的色谱峰可保持良好的分离度,适合于含量测定与监控。

(收稿日期: 2006-10-11)