

# HPLC 法测定喘宁巴布剂中芥子碱硫氰酸盐的含量

尹珉<sup>1</sup>, 王宏<sup>2</sup>, 曾祖平<sup>2</sup>, 何薇<sup>2\*</sup>

(1. 首都医科大学附属北京中医学院, 北京 100010;

2. 首都医科大学附属北京中医医院北京市中医研究所, 北京 100010)

**[摘要]** 目的: 建立喘宁巴布剂中芥子碱硫氰酸盐的高效液相色谱测定方法。方法: 采用 Kromasil 苯基色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 以 3% 醋酸(A)-乙腈(B) 为流动相, 梯度洗脱; 检测波长为 326 nm。结果: 芥子碱硫氰酸盐在 0.04 ~ 0.40 μg 范围内呈良好线性关系, 回归方程  $Y = 3\ 931.3X - 5.995\ 9$ ,  $r = 0.999\ 9$ , 平均回收率为 99.14%,  $RSD = 1.69\%$  ( $n = 6$ )。结论: 建立的方法用于测定喘宁巴布剂中芥子碱硫氰酸盐的含量简便、可靠、准确, 可用于该制剂的质量控制。

**[关键词]** 喘宁巴布剂; 高效液相色谱法; 芥子碱硫氰酸盐

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2010)01-0021-02

喘宁巴布剂是由北京中医医院儿科经多年临床实践总结出的经验方研制而成。具有镇咳、平喘、祛痰之功效。临床用于防治儿童支气管炎哮喘。其中白芥子为方中主药, 芥子碱硫氰酸盐为其有效成分。因此, 将芥子碱硫氰酸盐的含量作为质量控制指标, 采用高效液相色谱法测定, 并进行方法学考察, 现报告如下。

## 1 仪器与试剂

仪器 1100 高效液相色谱仪(美国 Agilent); SK7210HP 型超声波清洗机(上海科岛超声仪器有限公司); R-124 型旋转蒸发器(瑞士 BUCHI)。

试药 药材(首都医科大学附属北京中医医院

中药房); 对照品: 芥子碱硫氰酸盐(批号: 111702-200501, 购自中国药品生物制品检定所); 试剂: 乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯(试剂均为北京化工厂产品), 水为重蒸馏水。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件**<sup>[1]</sup> Kromasil 苯基色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相: 3% 醋酸(A)-乙腈(B), 梯度洗脱见表 1, 流速 1.0 mL · min<sup>-1</sup>; 温度: 室温; 检测波长 326 nm。在此条件下, 见色谱图 1。

表 1 芥子碱硫氰酸盐梯度洗脱

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~3	85~75	15~25
3~5	75~70	25~30
5~8	70	30

**2.2 标准曲线的绘制** 对照品溶液的制备: 精密称取芥子碱硫氰酸盐对照品(五氧化二磷干燥器中减压干燥 12 h) 2.0 mg 置于 10 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇适量使溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 得到浓度为 0.2

**[收稿日期]** 2009-05-04

**[基金项目]** 北京市中医局 51510 项目(JJ2006-30)

**[通讯作者]** \* 何薇, Tel: (010) 52176919; E-mail: hewei1124@sina.com.cn

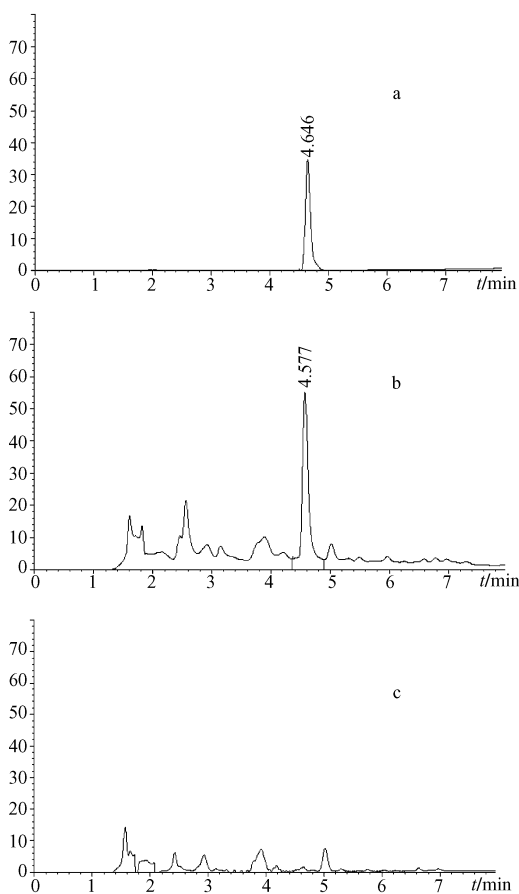


图1 芥子碱硫氰酸盐 HPLC 图  
a 标准品; b 样品; c 阴性空白

$\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$  的对照品溶液。

精密吸取对照品溶液 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL, 分别置 5 mL 量瓶中, 加 70% 乙醇至刻度, 摇匀, 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤, 注入液相色谱仪, 进样量为 10  $\mu\text{L}$ , 各 3 次。以平均峰面积积分为纵坐标, 以芥子碱硫氰酸盐的质量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标绘制标准曲线, 得回归方程  $Y = 3\,931.3\,7X - 5.995\,9$ ,  $r = 0.999\,5$ 。芥子碱硫氰酸盐在 0.04 ~ 0.40  $\mu\text{g}$  范围内呈良好线性关系。

**2.3 供试品溶液的制备** 取本品 2 片, 揭去薄膜, 剪成碎片, 精密称取 4.8 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定重量, 超声提取 1 h, 放冷, 再称定重量, 加甲醇补足减失重量, 摇匀, 取上清液, 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜滤过, 续滤液作为供试品溶液。

**2.4 空白试验** 按处方组成, 取除芥子外的其余药味, 按工艺要求制成缺芥子的阴性对照液。按上述色谱条件测定, 结果在芥子碱硫氰酸盐峰出现的位置上无对应峰出现, 表明其他组分对测定无干扰。

**2.5 精密度试验** 精密吸取供试品溶液 5  $\mu\text{L}$ , 连

续进样 6 次, 测定芥子碱硫氰酸盐面积, 其 RSD 为 1.33% ( $n=6$ )。

**2.6 重复性试验** 取同一批号的样品 6 份, 按含量测定项下的方法测定, 结果芥子碱硫氰酸盐平均含量为 0.326 3  $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ , RSD 为 1.42%。

**2.7 稳定性试验** 取供试品溶液, 间隔 1 h 进样 1 次, 每次 10  $\mu\text{L}$ , 共进 6 针。结果芥子碱硫氰酸盐峰面积平均为 337.311 8, RSD 为 1.62%。

**2.8 加样回收率试验** 精密称取揭去薄膜的巴布剂 2.4 g, 分别加入芥子碱硫氰酸盐对照品溶液一定量, 按“2.3”项下方法制备加样回收供试液, 并进行含量测定, 结果见表 2。

表 2 加样回收率测定

样品	称样量 (g)	样品含量 (mg)	对照品加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.240	60.785	7.0648	1.4392	100.84		
2	0.240	20.783	7.0648	1.4274	99.34		
3	0.240	10.784	9.0648	1.4106	96.57	99.14	1.69
4	0.240	80.783	6.0648	1.4327	100.18		
5	0.240	10.784	6.0648	1.4174	97.66		
6	0.240	80.783	6.0648	1.4332	100.25		

**2.9 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液 1  $\mu\text{L}$  与供试品溶液各 5  $\mu\text{L}$ , 注入高效液相色谱仪中, 测定其中芥子碱硫氰酸盐的色谱峰面积, 以外标法计算芥子碱硫氰酸盐的含量, 共测定 3 批喘宁巴布剂药材中芥子碱硫氰酸盐的含量。结果, 3 批喘宁巴布剂药材中芥子碱硫氰酸盐的含量分别为 5.69, 5.57 和 6.10  $\text{mg}/\text{片}$ 。

### 3 讨论

在样品提取时, 我们还曾对样品是否浸泡、溶媒用量以及超声提取时间等进行过筛选, 结果以不浸泡、提取溶媒用量 50 mL, 超声提取时间 60 min 为最佳提取工艺。

### [参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 110.  
[2] 刘定远. 医药数理统计方法[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1999: 254.  
[3] 张学梅, 刘凡亮, 梁文波, 等. 白芥子提取物镇咳祛痰平喘作用研究[J]. 中草药, 2003, 34(7): 635-637.