

高效液相色谱法测定鼻渊舒口服液中木兰脂素的含量

于桂兰¹, 白雪峰^{2*}

(1. 哈尔滨医科大学附属肿瘤医院药剂科, 150040;
2. 黑龙江省牡丹江市脑科医院, 157000)

鼻渊舒口服液是由苍耳子、辛夷、薄荷、白芷、黄芩、栀子、柴胡等组成。具有清热解毒, 疏风排脓, 通鼻窍的功效, 用于治疗鼻窦炎、慢性咽炎。小兰脂素是方中辛夷的主要成分, 笔者采用高效液相色谱法(HPLC)对其含量进行测定, 获得满意效果。

1 仪器与试剂

美国 Agilent1100 高效液相色谱仪, G1311 色谱泵, VWD 检测器, Agilent 化学工作站; 超声波发生器(上海市实验仪器总厂); 离心机(北京普析通用仪器有限公司); 真空干燥箱(北京普析通用仪器有限公司); 木兰脂素对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 822-200001); 乙腈、四氢呋喃为色谱纯; 水为去离子水, 其它试剂均为分析纯。鼻渊舒口服液成都华神集团股份有限公司制药厂生产。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: Hypersil ODS 柱(5 μ m, 250mm \times 4.0mm); 流动相: 乙腈-四氢呋喃-水(35: 2: 63); 流速: 1ml/min; 检测波长: 278nm。

2.2 溶液的制备 对照品溶液的制备: 精密称取木兰脂素对照品 5mg, 置 100ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液(浓度 0.05mg/ml)。

供试品溶液的制备: 取本品 10 支, 精密吸取 100ml, 置真空干燥箱中蒸干溶剂, 将干燥品转移至具塞锥形瓶中, 精密加入乙酸乙酯 20ml, 称定重量, 浸泡 30min 后, 超声处理 30min, 放冷, 再称定重量, 用乙酸乙酯补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密吸取续滤液 3ml, 加至中性氧化铝柱(100~200 目, 2g, 内径 9mm, 湿法装柱, 用乙酸乙酯 5ml 预洗)上, 用乙酸乙酯 20ml, 洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 加甲醇转移至 25ml 量瓶中, 定容至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。阴性样品溶液: 按供试品溶液制备方法制备不含辛夷的阴性样品溶液。

2.3 系统适应性实验 分别吸取对照品溶液 10 μ l, 供试品溶液、阴性样品溶液各 20 μ l, 注入高效液相色谱仪测定。理

论板数按木兰脂素峰计算率低于 5000, 阴性样品图谱中在与对照品色谱相应位置处无干扰。

2.4 线性关系考察 精密吸取木兰脂素对照品溶液(0.05mg/ml) 2, 6, 10, 16, 22 μ l, 注入高效液相色谱仪, 按上述色谱条件测定峰面积, 以进样量(μ g)为横坐标, 峰面积为纵坐标, 作线性回归, 回归方程为 $Y = 499826.3X - 3879.3$, $r = 0.9998$ 。表明木兰脂素在 0.1~1.1 μ g 范围内呈良好线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取同一对照品溶液 10 μ l, 连续进样 5 次, 测定峰面积 RSD 为 1.60%, 表明精密度良好。

2.6 重复性试验 上述供试品溶液的制备方法, 按样品含量测定项下方法操作。称取同一批号样品 5 份, 分别进行测定, 木兰脂素的平均含量为 1.33mg/ml。测得样品含量 RSD 为 1.44%。

2.7 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 10 μ l, 分别于样品制备后 0, 3, 6, 9, 12, 24h 内依法测定小兰脂素峰面积, 结果 RSD = 1.30%, 表明木兰脂素在 24h 内稳定。

2.8 回收率试验 采用加样回收法。精密称取已知含量的样品 2.5g, 共 5 份, 精密加入木兰脂素对照品溶液 5ml(0.502mg/ml), 按供试品制备方法制备样品, 测定。平均回收率为 99.5%, RSD 为 2.13%。

表1 回收率测定结果

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
3.33	2.52	5.81	98.70		
3.33	2.52	5.78	97.60		
3.33	2.52	5.87	101.10	99.50	2.13
3.33	2.52	5.90	102.10		
3.33	2.52	5.79	97.90		

2.9 样品含量测定 按供试品溶液制备方法测定了 3 个批号的样品中的木兰脂素含量, 分别为 1.33mg/g, 1.34mg/g, 1.35mg/g。

3 讨论

供试品溶液的制备, 曾采用甲醇洗脱柱子, 结果杂质干扰严重, 改用乙酸乙酯后, 色谱峰分离效果好, 杂质干扰小。

提取时间考察: 试验中曾对样品超声处理 20, 30, 40, 60min, 测得含量 1.30, 1.33, 1.34, 1.34mg/ml, 综合考虑, 超声处理 30min 最为适合, 样品中的木兰脂素提取效果好。

流动相的选择以乙腈-水(35: 65), 为流动相较好, 在此基础上, 再加入少量四氢呋喃, 经比较乙腈-四氢呋喃-水(35: 2: 65)分离效果最佳。

[收稿日期] 2006-05-25

[通讯作者] * 白雪峰, Tel: (0453) 86672681