

# 通窍鼻炎片质量标准研究

张宇宏 (兰州佛慈制药股份有限公司, 甘肃 兰州 730046)

**摘要:** 目的: 制定通窍鼻炎片质量标准。方法: 采用薄层色谱法鉴别白术、苍耳子; 高效液相法测定欧前胡素的含量。结果: 薄层色谱斑点清晰, 欧前胡素在 0.11~1.10 $\mu$ g 范围内线性关系良好( $r=0.9993$ ), 回收率 99.0%, RSD 1.12%。结论: 可用来控制通窍鼻炎片的质量。

**关键词:** 通窍鼻炎片; 白术; 苍耳子; 欧前胡素

中图分类号: R284.2 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)06-0009-03

通窍鼻炎片系由苍耳子、防风、黄芪、白芷、辛夷、白术、薄荷制成的复方片剂, 收载于中国药典 2000 年版一部, 具有散风消炎, 宣通鼻窍。用于鼻渊, 鼻塞, 流涕, 前额头痛; 鼻炎, 鼻窦炎及过敏性鼻炎。依据其化学成分的性质, 应用薄层色谱法和高效液相法对通窍鼻炎片进行了定性和定量研究, 为该制剂的生产提供了质量控制依据。

## 1 仪器与试剂

美国光谱物理公司 Spectra-Physics 高效液相色谱仪, SP8810 压力泵, SC100 检测仪, SP4400 积分仪。乙醚、甲醇、醋酸乙酯均为分析纯。欧前胡素对照品, 由中国药品生物制品检定所提供。药材白术 (*Rhizoma Atractylodis Macrocephalae*)、苍耳子 (*Fructus Xanthii*) 由本厂质量部提供(鉴定人: 景明) 通窍鼻炎片由兰州佛慈制药股份有限公司提供。

## 2 薄层鉴别

**2.1 白术鉴别** 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加正己烷 20ml, 超声处理 15min, 滤过, 滤液浓缩至 2ml, 作为供试品溶液。按通窍鼻炎片处方, 除去白术药材, 按工艺制备同法制成缺白术对照溶液。另取白术对照药材 0.5g, 同法制成对照药材溶液。吸取上述三种溶液各 10 $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-醋酸乙酯(50:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 香草醛硫酸液, 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, 且阴性对照液无干扰。

**2.2 苍耳子鉴别** 取本品 10 片, 除去包衣, 研细, 加石油醚(60~90 $^{\circ}$ C) 30ml, 超声处理 5min, 滤去石油

醚。药渣挥干石油醚, 加甲醇 30ml 超声处理 15min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 5ml 使溶解, 放冷, 通过 D101 型大孔吸附树脂柱(内径 1.5cm, 长 12cm) 分别以水、20% 甲醇、30% 甲醇各 40ml 依次洗脱, 收集 30% 甲醇洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。按通窍鼻炎片处方, 除去苍耳子药材, 按工艺制备同法制成缺苍耳子对照溶液。另取苍耳子药材 1g, 同法制成对照药材溶液。吸取上述三种溶液各 5 $\mu$ l, 点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-醋酸乙酯-50% 甲醇-甲酸(1.5:5:2:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置碘蒸气中显色。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, 且阴性对照无干扰。

## 3 含量测定

**3.1 色谱条件的确定** 色谱柱: TSK-GEL ODS-C18, 4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m; 流动相: 甲醇-水(70:30); 柱温: 室温; 流速: 1.0ml/min; 检测波长: 296nm。理论板数按欧前胡素峰计算应不低于 2000。

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取欧前胡素对照品加醋酸乙酯溶解, 制成每 ml 0.052mg ①和 0.11mg ②的对照品溶液。

**3.3 供试品溶液的制备** 取本品 10 片, 除去糖衣, 精密称定, 研细, 取细粉约 1.0g, 精密称定, 置索氏提取器中, 加入乙醚适量, 加热回流提取 4h, 提取液回收乙醚, 残渣用醋酸乙酯溶解, 转移至 10ml 容量瓶中, 加醋酸乙酯至刻度, 摇匀, 即得。曾就欧前胡素的提取方法进行了筛选, 结果表明用索氏提取 4h 为完全。

**3.4 线性关系考察** 精密吸取对照品溶液(浓度 0.11mg/ml) 1、2、4、6、8、10 $\mu$ l 按上述色谱条件进行分析。以峰面积积分值为纵坐标, 欧前胡素进样量为

横座标, 绘制标准曲线, 回归方程为:  $Y = 17.67X + 636.26$ ,  $r = 0.9993$ , 欧前胡素在  $0.11 \sim 1.10 \mu\text{g}$  范围内呈良好的线性关系。

**3.5 精密度试验** 同一供试品(010102)溶液重复进样 5 次, 欧前胡素峰面积的 *RSD* 为 0.89%。

**3.6 稳定性试验** 同一供试品(010102)溶液在 0、1、2、3、4、5h 测定, 欧前胡素峰面积的 *RSD* 为 0.97%。

**3.7 重现性试验** 同一批供试品(批号 010102)分别称取 5 份, 测定, 欧前胡素峰面积的 *RSD* 为 1.62%。

**3.8 加样回收试验** 精密称取已知含量的同一批样品(批号: 010102, 含量  $0.140\text{mg/g}$ ) 5 份, 分别加入一定量的欧前胡素对照品, 按样品含量测定项下方法测定, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 欧前胡素加样回收试验

序号	取样量 (g)	含量 (mg)	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	<i>RSD</i> (%)
1	0.5715	0.0800	0.10	0.1771	97.08		
2	0.5410	0.0757	0.10	0.1734	97.73		
3	0.5601	0.0784	0.10	0.1764	98.00	99.01	1.12
4	0.5564	0.0779	0.10	0.1782	100.33		
5	0.5494	0.0769	0.10	0.1751	98.24		

**3.9 样品测定** 取本品 10 片, 除去糖衣, 精密称

定, 按正文方法进行测定, 结果见表 2。

表 2 样品测定 ( $n = 2$ )

批号	欧前胡素含量(mg/g)		平均值(mg/g)
001207	0.156	0.154	0.155
001208	0.154	0.152	0.153
001209	0.157	0.153	0.155
010101	0.101	0.105	0.103
010102	0.143	0.137	0.140
010103	0.117	0.113	0.115
010104	0.058	0.056	0.057
010205	0.080	0.076	0.078
010206	0.101	0.103	0.102
010207	0.078	0.083	0.081

考虑到原料含量的差异、检测操作过程误差, 将 10 批样品测定所得平均值的 80%, 作为欧前胡素的含量限度。

$$0.114\text{mg/g} \times 80\% \times 0.33\text{g/片} = 0.03\text{mg/片}$$

即每片通窍鼻炎片含白芷以欧前胡素计( $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_4$ ) 暂定为不得低于 0.03mg。

#### 4 结论

本品通过各项检测, 证明在保证《中华人民共和国药典》2000 年版一部第 573 页所载的通窍鼻炎片标准的同时, 所修订和增加的鉴别项目及含量测定方法也确认可行。