

通窍耳聾丸的质量标准

夏文 (贵州百灵企业集团制药股份有限公司 贵州安顺 561000) 熊灿琼 (贵州毕节地区药品检验所)

摘要 目的:建立通窍耳聾丸的质量控制方法。**方法:**用TLC法对当归进行定性鉴别;HPLC法测定通窍耳聾丸中橙皮苷的含量,色谱柱为Diamonsil C₁₈,柱温:35℃,流动相为甲醇-水(40:60),检测波长:283 nm。**结果:**当归的定性鉴别专属性强。橙皮苷在0.234 2~1.561 2 mg·ml⁻¹范围内呈良好的线性关系, $r=0.999\ 2$,平均回收率为99.5%, $RSD=1.1\%$ ($n=9$)。**结论:**该方法简单、快速、准确、重复性好,专属性强。

关键词 通窍耳聾丸;当归;橙皮苷;TLC法;HPLC法

中图分类号:TQ460.7*2 **文献标识码:**A **文章编号:**1008-049X(2010)11-1670-02

通窍耳聾丸由柴胡、龙胆、芦荟、熟地黄、黄芩、青黛、天南星、木香、青皮、陈皮、当归、栀子组成,具有清肝泻火、通窍润便的作用。用于肝经热盛,头目眩晕、耳聋蝉鸣、耳底肿痛、目赤口苦等。原标准^[1]无鉴别项和含量测定项,为了提高检测手段,有效地控制产品质量,笔者参照有关文献^[2,3],建立了当归的薄层色谱法,对制剂中橙皮苷的含量测定方法进行了试验研究,建立了用高效液相色谱法测定橙皮苷含量的方法。该方法操作简便、快速灵敏、重复性好,可为该制剂质量控制提供依据。

1 仪器与试药

LC-10ATvp 高效液相色谱仪(岛津),SPD-10Avp 检测器;超声波清洗机(洁康超声波清洗有限公司,250 W,33 Hz);橙皮苷对照品(中国药品生物制品检定所,批号:110721-200512);当归对照药材(中国药品生物制品检定所,批号:927-9001),通窍耳聾丸(长春人民药业集团有限公司,批号:

20090701、20081001);甲醇为色谱纯;其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 TLC 鉴别

2.1.1 对照药材溶液的制备 取当归对照药材0.5 g,加乙醚20 ml,超声处理15 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1 ml溶解作为供试品溶液。

2.1.2 样品溶液的制备 取本品粉末0.5 g,置锥形瓶中,加乙醚20 ml,超声处理15 min,离心,取上清液挥干,残渣加乙醇1 ml使溶解,作为供试品溶液。照薄层色谱法试验,吸取上述两种溶液各10 μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。阴性对照溶液无干扰。见图1。

2.2 橙皮苷的含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱:Diamonsil C₁₈(250 mm×4.6

通讯作者:夏文 Tel:13885326677 E-mail:13885326677@163.com

12 h,测定磷酸可待因峰面积, RSD 为1.28%。

2.9 加样回收率试验

精密量取已知含量的咳神口服液适量9份,分别加入一定量磷酸可待因对照品,配制高、中、低3种浓度,按“含量测定”项下方法测定磷酸可待因含量,并计算回收率,结果平均回收率为99.75%, RSD 为0.31% ($n=9$)。

2.10 样品含量测定

取5批样品按“2.2”项下分别制备对照品溶液和供试品溶液,按上述色谱条件进行测定,按外标法以峰面积计算含量,结果见表1。

表1 磷酸可待因样品含量测定结果($n=3$)

批号	标示量含量(%)	RSD (%)
20070108	101.0	0.98
20070201	97.0	0.96
20070405	105.0	1.10
20070807	96.0	0.88
22070901	103.0	0.85

3 讨论

参照有关文献^[3,5]中流动相进行分离和测定,结果分离

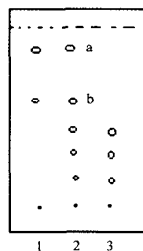
效果均不理想。最后采用甲醇-0.1 mol·L⁻¹磷酸二氢钠溶液(14:86)为流动相,达到良好基线分离,且磷酸可待因峰形对称,保留时间适中,阴性样品无干扰。

咳神口服液为中西药复方制剂,且含麻醉药品磷酸可待因,湖北省医院制剂规范所采用含量测定方法由于误差较大,重现性差,所以规定含量控制范围较宽(应为标示量85%~115%),质量难以控制,本实验建立的含量测定方法,操作简便,灵敏度高,重复性好,适用于控制该制剂的质量。

参考文献

- 1 湖北省医院制剂规范[S].1999年版.72-73
- 2 刘水利,李冬梅,冯丽. HPLC法测定洋参保肺颗粒中磷酸可待因的含量[J]. 中药新药与临床药理,2004,15(5):348-349
- 3 南楠,陈华,朱霁虹. HPLC法测定万辉化痰止咳露中磷酸可待因,盐酸麻黄碱和马来酸氯苯那敏含量[J]. 药物分析杂志,2000,20(1):7-9
- 4 南楠,朱霁虹. 反相高效液相色谱法测定阿司匹林片剂中磷酸可待因的含量[J]. 药物分析杂志,1999,19(1):7-9
- 5 王晓燕,崔福德,马汝敏. 高效液相色谱法测定复方阿司匹林片剂的含量[J]. 沈阳药科大学学报,2002,19(1):31-33

(2010-04-04 收稿 2010-09-01 修回)



1. 对照药材 2. 供试品(20081001) 3. 阴性对照 a, b. 荧光点

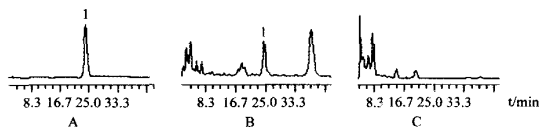
图1 当归 TLC 图

mm, 5 μ m); 流动相: 甲醇-水(40:60), 检测波长: 283 nm, 进样量: 10 μ l。理论板数按橙皮苷峰计算不低于 3 000, 其他符合《中国药典》要求。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取减压干燥至恒重的橙皮苷对照品 0.1301 g 置 50 ml 量瓶中, 加甲醇适量, 超声 30 min 使溶解, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为贮备液。精密量取 1 ml 置 5 ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。

2.2.3 供试品溶液的制备 精密称取细粉 1.0 g, 置 25 ml 量瓶中, 加 70% 甲醇适量, 超声 30 min 使溶解, 放冷, 加 70% 甲醇至刻度, 摇匀; 滤过。

2.2.4 阴性样品的制备 按通窍耳聋丸处方比例量取不含青皮、陈皮和黄芩的空白样品, 按上述方法制备。分别精密吸取对照品、供试品、空白溶液按上述色谱条件进样, 阴性空白溶液无干扰, 见图 2。



A. 对照品 B. 样品 C. 空白 1. 橙皮苷

图2 橙皮苷 HPLC 图

2.2.5 线性关系考察 精密吸取对照品贮备液(2.602 $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$) 3 ml 置 10 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀。分别精密吸取 3, 5, 10, 15, 20 μ l 注入液相色谱仪, 测定橙皮苷峰面积, 以进样浓度(X)对峰面积(Y)线性回归, 得回归方程: $Y = 8.00 \times 10^6 X + 3.79 \times 10^4$, $r = 0.9992$ 。结果表明, 橙皮苷在 0.2342 ~ 1.5612 $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 浓度范围内显示有良好的线性关系。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液, 分别于 0,

1, 5, 8, 24 h 测定, 记录峰面积, $RSD = 1.7\%$ ($n = 5$)。结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.2.7 精密度的试验 精密吸取对照品溶液, 按上述色谱条件重复进样 5 次, 记录峰面积, $RSD = 0.8\%$ 。

2.2.8 重复性试验 取同一批号(20081001)的样品 6 份, 按供试品制备及上述色谱条件测定, 结果橙皮苷平均含量 50.56 $\text{mg}/\text{袋}$, $RSD = 1.86\%$ ($n = 6$), 表明本法重复性良好。

2.2.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的样品(批号: 20081001, 含量 50.56 $\text{mg}/\text{袋}$) 9 份, 每份约 0.5 g, 精密加入对照品贮备液(2.602 $\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$) 各 1, 3, 4 ml 各 3 份, 按供试品溶液的制备方法按上述色谱条件测定。计算平均回收率为 99.5%, RSD 为 1.1% ($n = 9$)。

2.2.10 样品含量测定 取 2 批样品, 分别按上述方法制备及色谱条件测定其含量, 结果见表 1。

表1 通窍耳聋丸中橙皮苷的含量

批号	橙皮苷($\text{mg}/\text{袋}$)	平均含量($\text{mg}/\text{袋}$)
20081001	50.42	50.56
20090701	46.24	46.62

3 讨论

3.1 经查阅相关资料及试验研究^[4-6], 通窍耳聋丸中的橙皮苷的提取可用回流、超声等方法, 曾采用 0.1% NaOH 溶液超声提取, 50% 甲醇超声提取及 70% 甲醇超声提取三种方法制备供试液, 并分别测其含量, 结果相差不算大, 但 50% 甲醇和 70% 甲醇相比较, 70% 甲醇直接超声提取较完全, 故采用 70% 甲醇直接超声提取。

3.2 调整流动相不同比例, 在甲醇-水比例为(40:60)时, 出峰时间约为 24.6 min, 峰形较好, 且该检测条件下分离较好。

3.3 本文增加当归的薄层色谱鉴别, 专属性更强。

参考文献

- 1 卫生部药品标准[S]. 中药成方制剂. 第一册. WS3-B-0122-89
- 2 中国药典[S]. 2005 年版. 一部. 89
- 3 路玫, 谢东. RP-HPLC 法同时测定复方百部止咳颗粒中橙皮苷和黄芩苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2005, 25(8): 981-983
- 4 余琰, 焦海胜, 马立新. RP-HPLC 同时测定清气化痰丸中橙皮苷和黄芩苷的含量[J]. 中成药, 2005, 27(8): 894-895
- 5 王娜, 黄罗生, 赵洁如, 等. 调经攻坚颗粒中橙皮苷和黄芩苷的含量[J]. 江苏医药, 2008, 40(10): 88-89
- 6 陈喜生, 胡滨湘, 王松长, 等. HPLC 法测定妇炎康胶囊中橙皮苷和黄芩苷的含量[J]. 中国药师, 2009, 12(9): 1246-1247

(2010-05-31 收稿 2010-08-05 修回)

关于切勿在稿件中夹寄现金的重要提示

尊敬的作者:

感谢广大读者和作者对本刊的厚爱, 本刊的投稿量不断增长, 鉴于近日发现有的作者将稿件处理费现金夹在投稿信中的情况, 特再次提醒作者: 请不要违反《邮政法》有关规定夹寄现金! 信件在寄递过程中, 存在着由各种因素造成破损、丢失的可能性, 编辑部无从负责, 而一旦丢失, 易引起相关各方恼人的疑惑, 也影响本部的规范管理和稿件的及时处理。为了维护各方利益, 务请您在邮局投递稿件的同时一并并稿件处理费 40 元正常汇出。汇款地址: 湖北省武汉市兰陵路 2 号, 《中国药师》编辑部收, 邮编 430014。

通窍耳聋丸的质量标准

作者：[夏文](#)，[熊灿琼](#)

作者单位：[夏文\(贵州百灵企业集团制药股份有限公司, 贵州安顺, 561000\)](#)，[熊灿琼\(贵州毕节地区药品检验所\)](#)

刊名：[中国药师](#)

英文刊名：[CHINA PHARMACIST](#)

年，卷(期)：2010, 13(11)

参考文献(6条)

1. [陈喜生;胡滨湘;王松长](#) [HPLC法测定妇炎康复胶囊中橙皮苷和黄芩苷的含量](#)[期刊论文]-[中国药师](#) 2009(09)
2. [王娜;黄罗生;赵洁如](#) [调神攻坚颗粒中橙皮苷和黄苏苷的含量](#)[期刊论文]-[江苏医药](#) 2008(10)
3. [余琰;焦海胜;马立新](#) [RP-HPLC同时测定清气化痰丸中橙皮苷和黄芩苷的含量](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2005(08)
4. [路玫;谢东](#) [RP-HPLC法同时测定复方百部止咳颗粒中橙皮苷和黄芩苷的含量](#)[期刊论文]-[药物分析杂志](#) 2005(08)
5. [中国药典](#). 2005年版一部 2005
6. [卫生部药品标准](#). 中药成方制剂. 第一册. WS3-B-0122-89

本文链接：http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_zgys201011061.aspx