

薄层扫描法测定太子咽喉净口服液中黄芩甙的含量

李振国 朱宝珠 李平(河南省药品检验所 郑州 450003)

摘要 用聚酰胺薄膜分离黄芩甙,薄层扫描法测定太子咽喉净口服液中黄芩甙的含量。方法简便,重现性好,平均回收率 100.42%,变异系数 2.66%。

关键词 太子咽喉净口服液 黄芩甙 薄层扫描

Determination of Baicalin in Taizi Yanhoujing Oral Liquid by TLC Scanning

Li Zhengguo, Zhu Baozhu, Li Ping (Henan Provincial Institute for Drug Control, Zhengzhou)

Abstract: Isolation of baicalin in Taizi Yanhoujing oral liquid was accomplished by polyamide film. TLC scanning technique was developed for determination of baicalin in Taizi Yanhoujing oral liquid. The method was simple and accurate, with an average recovery of 100.42% and a variation coefficient of 2.66%.

Key words: Taizi Yanhoujing oral liquid, baicalin, TLC-scanning

太子咽喉净口服液是由太子参、黄芩、牡丹皮、阿胶等 10 味中药制成的口服液体剂,具有补气、滋阴,生津润燥,消痰之功效,用于治疗虚火喉痹,慢性咽喉炎等症。为控制成品质量,我们对其主要药物黄芩中的活性成分黄芩甙进行了含量测定,方法重现性好,简便,可靠。

1 仪器与试剂

CAMAG SCANNER-II 型扫描仪(瑞士),软件分析系统 CATS 3.15(CAMAG 公司),定量毛细管(美国 Drummond),CAMAG NANOMAT 薄层自动点样器(瑞士),Sartorius 电子天平(日本),聚酰胺薄膜(浙江黄岩),黄芩甙对照品(中国药品生物制品检定所提供,批号 0715-9506),太子咽喉净口服液样品(黄河水利委员会郑州黄河医院提供),所用试剂均为分析纯。

2 供试品溶液及对照品溶液的制备

供试品溶液的制备:精密量取样品 1ml,置 25ml 容量瓶中,加水至 10ml,再加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

对照品溶液的制备:精密称取在 60℃ 真

空干燥至恒重的黄芩甙对照品适量,加甲醇制成每 ml 含 0.3mg 的溶液,作为对照品溶液。

3 实验及实验条件

3.1 薄层层析条件与扫描条件:将供试品溶液与对照品溶液分别点于聚酰胺薄膜(薄层层析用)上,以醋酸乙酯-丙酮-甲酸(8:1:1)为展开剂,展距 8cm,采用单波长线性扫描,狭缝 0.3×4(macro),用扫描仪对斑点从 200nm~400nm 扫描,得一吸收曲线。黄芩甙最大吸收波长为 288nm,故选择 $\lambda_s=288\text{nm}$ 。

3.2 线性关系考察:取黄芩甙对照品甲醇溶液(0.30mg/ml)在同一聚酰胺薄膜上分别点样 0.5、1、2、3、4 μl ,按上述方法展开,测定斑点吸收度积分面积,以点样量为横坐标,积分值为纵坐标绘制标准曲线。回归方程 $Y=133.9+2270.4x$, $r=0.9998$,线性范围 0.15 μg ~1.20 μg 。

3.3 稳定性试验:取对照品溶液和供试品溶液依法点样,按上述条件展开,对供试品色谱中与对照品 R_f 值相同的斑点每 30min 扫描 1 次,结果 2h 内稳定, $RSD=0.87\%$ ($n=5$)。

3.4 精密度试验:在同一块聚酰胺薄膜上精

密点等量的黄芩甙对照品 5 个点,依法展开,扫描测定,5 个点平均积分值 $\bar{x}=862.3$, $RSD=0.85\%$ 。然后在 5 块聚酰胺薄膜上精密点等量的黄芩甙对照品各 1 个点,5 个点平均积分值 $\bar{x}=855.9$, $RSD=1.14\%$ 。

3.5 样品的含量测定:照上述样品液及对照品溶液的制备方法,制备供试品溶液及对照品溶液。精密吸取供试品溶液 $1\mu\text{l}$,对照品溶液 1 、 $3\mu\text{l}$,分别交叉点于同一聚酰胺薄膜上,依法操作,展开,扫描,根据对照品与供试品斑点吸收峰面积积分值计算含量,3 批样品黄芩甙含量为: 8.0mg/ml , 6.0mg/ml , 5.8mg/ml 。

3.6 重现性试验:取同一批号样品,按上述方法测定含量,共测定 5 次,平均为 5.7mg/ml , $RSD=2.90\%$ 。

3.7 阴性对照试验:取缺黄芩的阴性对照样品,照样品测定方法点样,展开,阴性对照样品色谱中,在与黄芩甙对照品相对应的位置上,无相应的斑点,说明其它成分无干扰。

3.8 加样回收率试验:精密量取已测定含量的样品 1ml ,准确加入已知浓度的黄芩甙对照品甲醇溶液,按样品测定方法测定,计算,平均回收率 100.42% , $RSD=2.66\%$ ($n=6$)。

3.9 黄芩原料含量测定:取不同商品来源的黄芩药材 0.3g ,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇回流提取至近无色,回收甲醇液,残渣加甲醇溶解,定容至 100ml 量瓶中,照样品测定法,对黄芩中黄芩甙进行含量测定。结果分别含黄芩甙 9.9% , 7.1% , 12.6% 。

4 讨论

对于黄芩甙的层析条件,曾选用文献方法^[1],将供试品及对照品溶液分别点于同一用 4% 醋酸钠溶液制备的含 0.2% 羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水 ($5:3:1:1$) 为展开剂的方法,但本文所采用的条件较其操作简便,分离效果好,黄芩甙斑点集中,符合定量分析

的要求。

致谢:承蒙国家新药评审委员孙信功主任指导,特此致谢。

参考文献

- 1 部颁药品标准. 中药成方制剂,第四册:96
(收稿:1997-11-21)

葛根黄芩黄连汤口服液的研制

蔡圣学(海南省万宁市医院 571500)

葛根黄芩黄连汤出自张仲景的《伤寒论》,主治外感表证未解,热邪入里。为了适合临床快速用药,服用方便的需要,将葛根黄芩黄连汤改为葛根黄芩黄连口服液,制剂工艺介绍如下:

1 处方组成 葛根 300g ,黄芩 200g ,黄连 120g ,炙甘草 60g ,单糖浆 300g ,苯甲酸钠 5g 共制成 1000ml 。

2 制剂工艺 分别选取正品药材或饮片,按处方准确称量各药备用。

2.1 煎煮 取葛根、黄芩、黄连、炙甘草加 6 倍水浸泡 1h ,煎煮提取 3 次 (60 、 60 和 30min),合并 3 次煎液,过滤,减压浓缩至相对密度为 1.20g/ml (50C),放冷,加 95% 乙醇醇沉,使含醇量为 60% ,静置 24h ,离心过滤,回收乙醇,浓缩至约 500ml ,放冷备用。

2.2 配液 取 2.1 浓缩液约 500ml ,用适量蒸馏水稀释,调 pH 值为 7.0 ,静置,加入单糖浆、苯甲酸钠,再加蒸馏水至 1000ml ,搅拌均匀,静置,滤过。封于 10ml 安瓿中, 100C 灭菌 30min ,检查,印字即得。

3 小结与讨论 葛根黄芩黄连汤口服液,采用复方煎煮提取药液,通过醇沉制剂工艺精制而成,其方法简便,易于操作。留样品 1 、 3 、 6 、 12 个月的 pH 值分别为 6.63 、 6.63 、 6.62 、 6.62 ,性状稳定,液体澄明。本品在临床上用于治疗急性菌痢 34 例,中毒性肠炎 41 例,急性肺炎 23 例,肠伤寒 6 例等各种里热挟表邪的病症,治疗总有效率 93% 。经临床治疗观察表明,本品不仅保持汤剂的疗效,克服汤剂煎煮的麻烦,而且具有服用剂量小,吸收较快,口感较好,且质量稳定,因此值得推广应用。

(收稿:1997-10-10)