

# 百咳静糖浆质量标准

孙小玲, 施法\*

(辽宁省食品药品检验所, 沈阳 110023)

**[摘要]** 目的: 建立百咳静糖浆的质量控制标准。方法: 采用 TLC 对黄芩、黄柏、陈皮、麻黄进行定性分析, HPLC 测定百咳静糖浆中黄芩苷含量。结果: 百咳静糖浆供试品与对照品色谱的相应位置上, 显相同颜色斑点; Sinochrom ODS bp C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), ODS 预柱, 流动相甲醇-水-磷酸(45:55:0.04), 检测波长 315 nm, 黄芩苷在 0.08 ~ 0.4 μg 呈良好线性关系( $r=0.9998$ ), 平均回收率 100.9% (RSD 1.7%)。结论: 该方法灵敏、准确可靠、重复性好, 可用于百咳静糖浆的质量控制。

**[关键词]** 百咳静糖浆; 黄芩苷; 薄层色谱法; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)13-0116-03

**[doi]** 10.11653/syfyj2013130116

## Quality Standard of Baikejing Syrup

SUN Xiao-ling, SHI Fa\*

(Liaoning Institute for Food and Drug Control, Shenyang 110023, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish qualitative control standard of Baikejing syrup. **Method:** TLC was used for qualitative analysis of *Scutellaria baicalensis*, *Phellodendron chinense*, *Citrus reticulata*, *Ephedra sinica*, the content of baicalin was determined by HPLC. **Result:** Baikejing syrup for samples and reference substances showed the same color dot in corresponding chromatograph position; Sinochrom ODS bp C<sub>18</sub> column (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) and ODS pre-column were adopted with mobile phase of methanol-water-phosphoric acid (45:

**[收稿日期]** 20121224(009)

**[第一作者]** 孙小玲, 硕士, 从事中药质量标准研究, Tel: 024-25425645, E-mail: lynnlynn88@163.com

**[通讯作者]** \* 施法, 硕士, 主管药师, 从事中药质量标准研究, E-mail: shifa2008@163.com

离, 但出峰时间慢; 而在 24 ~ 27 kV 时, 待测样品受其他峰干扰, 无法分离。综合基线平滑度、峰展宽、分离度等考虑, 最后确定分离电压 23 kV。

### [参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 1116, 286.
- [2] 卫恒巧, 李作平, 崔秀彦, 等. 薄层扫描法测定清肺抑火丸中小檗碱和菝葜皂甙元的含量[J]. 河北医科大学学报, 1992, 13(4): 199.
- [3] 黄瑞红, 杨慧文. RP-HPLC 法测定清肺抑火丸中白花前胡甲素的含量[J]. 中国药房, 2010, 21(27): 2556.
- [4] 叶秀金, 宋粉云. HPLC 法测定清肺抑火丸中大黄的四种成分的含量[J]. 中药新药与临床药理, 2010, 21(6): 646.

- [5] 都日娜, 乌日娜. 黄柏的研究进展[J]. 中国民族医药杂志, 2008, 14(3): 75.
- [6] 徐蓉, 陈钧, 徐骅, 等. 响应面法优化黄连黄柏中总生物碱的提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(9): 26.
- [7] 柯雪红, 魏刚, 唐红梅, 等. 高效液相法测定双柏炎痛宁喷雾液及黄柏药材中盐酸小檗碱和巴马汀含量[J]. 时珍国医国药, 1999, 10(3): 161.
- [8] 闵庆璐, 王巍, 鞠成国, 等. HPLC 测定丹黄祛瘀片中苦参碱和氧化苦参碱的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(1): 60.
- [9] 吴双, 史华, 夏时海. 氧化苦参碱药理作用的进展[J]. 武警医学院学报, 2009, 18(3): 238.

[责任编辑 全燕]

55:0.04), detection wavelength was at 315 nm, baicalin showed a good linear relationship within the range of 0.08-0.4  $\mu\text{g}$  ( $r=0.9998$ ), the average recovery was 100.9% with RSD of 1.7%. **Conclusion:** This method was sensitive, reproducible and reliable, it could be used for quality control of Baikejing syrup.

[**Key words**] Baikejing syrup; baicalin; TLC; HPLC

百咳静糖浆原收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第2册。按国家药典委员会的任务要求,拟收载于《中国药典》2010年版一部,在2008年该品种按国家药典委员会“国家药品标准提高行动计划”及“国家药品标准提高行动计划中成药品种增修订项目任务表”中要求,在原标准基础上,增加了黄芩、黄柏、陈皮、麻黄4项TLC及黄芩含量测定项。

## 1 材料

2010CHT型高效液相色谱仪(日本岛津),H25AR型电子分析天平(梅特勒公司),U3010型紫外-可见分光光度计(日本日立),101A-1型电热鼓风恒温干燥箱(上海跃进医疗器械厂)。

黄芩苷、橙皮苷、盐酸麻黄碱、盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号分别为110715-200514, 110721-200514, 171242-200404, 110713-200609),黄柏对照药材(中国药品生物制品检定所,批号121510-200501),百咳静糖浆(辽宁康博士生产,批号20070701),乙腈、甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 TLC鉴别

**2.1.1 黄芩中黄芩苷<sup>[1-2]</sup>** 取本品5 mL,加75%乙醇15 mL,超声处理20 min,滤过,滤液作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品适量,加75%乙醇制成0.2  $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。照2010年版《中国药典》附录VI B进行试验,吸取上述2种溶液各1~2  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以乙酸为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯于365 nm处检视,结果供试品色谱与对照品色谱的相应位置上,显相同颜色的荧光斑点。

**2.1.2 陈皮中橙皮苷<sup>[3]</sup>** 取本品1 mL,置具塞离心管中,加甲醇1 mL,振摇,离心,取上清液作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液。照2010年版《中国药典》附录VI B进行试验,吸取上述2种溶液各2  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一用0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展至约3 cm,取出,晾干,再以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-水(20:10:1:1)的

上层溶液为展开剂,展至约8 cm,取出,晾干,喷以1%三氯化铝的乙醇溶液,于105  $^{\circ}\text{C}$ 加热5 min,置紫外光灯于365 nm处检视,结果发现供试品色谱与对照品色谱的相应位置上,显相同颜色的荧光斑点。

**2.1.3 麻黄中盐酸麻黄碱<sup>[4]</sup>** 取本品15 mL,加浓氨试液0.5 mL,用二氯甲烷振摇提取2次,每次15 mL,合并二氯甲烷液,挥干,残渣加二氯甲烷1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品,加二氯甲烷制成0.5  $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。吸取上述2种溶液各5~10  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(8:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,在105  $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰,结果发现供试品色谱与对照品色谱的相应位置上,显相同颜色的斑点。

**2.1.4 黄柏中盐酸小檗碱及黄柏<sup>[5-6]</sup>** 取黄柏对照药材1 g,加甲醇5 mL,加热回流15 min,滤过,滤液补加甲醇至5 mL,作为对照药材溶液。取盐酸小檗碱对照品适量,加甲醇制成0.5  $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的对照品溶液。吸取上述对照药材溶液、对照品溶液和**2.1.2**项下的供试品溶液各1  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一硅胶薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水(6:3:1.5:1.5:0.3)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视,结果发现供试品色谱与对照药材、对照品色谱的相应位置上,显相同颜色的斑点。

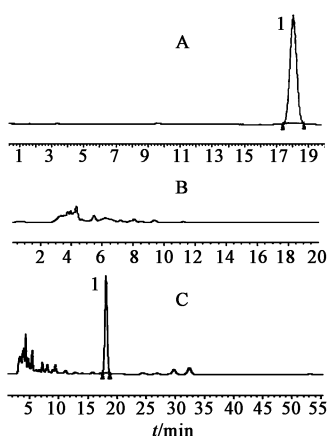
### 2.2 黄芩苷含量测定<sup>[7-11]</sup>

**2.2.1 色谱条件** Sinochrom ODS bp  $\text{C}_{18}$  色谱柱(4.6 mm $\times$ 250 mm,5  $\mu\text{m}$ ), ODS 预柱,流动相甲醇-水-磷酸(45:55:0.04),检测波长315 nm。理论板数按黄芩苷峰计算不低于3 000,见图1。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取黄芩苷对照品适量,加甲醇制成20  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的溶液,即得。

**2.2.3 线性关系的考察** 分别精密量取上述对照品溶液4,8,12,16,20  $\mu\text{L}$ 进样,照上述色谱条件测定,以峰面积积分值为纵坐标,对照品的进样质量为横坐标,得回归方程 $Y=45\ 374X+783.11$  ( $r=0.9998$ ),表明黄芩苷在0.08~0.4  $\mu\text{g}$ 线性关系良好。

**2.2.4 精密度试验** 精密吸取同一对照品溶液10  $\mu\text{L}$ ,重复进样5次,结果峰面积的RSD<2%,表明仪器精密度良好。



A. 对照品; B. 缺黄芩阴性液; C. 供试品; 1. 黄芩苷

图 1 百咳静糖浆 HPLC

**2.2.5 供试品溶液制备** 精密吸取本品 1 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇适量, 充分振荡使溶解并稀释至刻度, 滤过, 取续滤液, 即得。

**2.2.6 重复性试验** 取同一批样品 5 份, 按 2.2.5 项下方法制备供试品溶液, 结果峰面积的 RSD < 2%, 说明该方法重复性较好。

**2.2.7 回收率试验** 精密吸取已知含量的样品 0.5 mL (6 份), 精密加入对照品 0.8 mg (3 种不同水平, 各 2 份), 按 2.2.5 项下方法制备供试品溶液, 测定黄芩苷含量, 计算回收率 (表 1), 结果表明该方法具有较好的回收率。

表 1 黄芩苷加样回收率试验

样品中含量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
0.814 2	1.612	99.7	100.9	1.7
0.795 6	1.59	99.3		
0.735 0	1.555	102.5		
0.750 0	1.548	99.7		
0.807 3	1.612	100.5		
0.774 9	1.603	103		

注: 黄芩苷对照品加入量均为 0.80 mg。

**2.2.8 样品测定** 取辽宁康博士、山东颐和、辽宁金丹、沈阳东新、新乡佐今明 5 个厂家的样品各约 0.5 g (3 份), 精密称定, 按 2.2.5 项下方法制备供试品溶液, 测得黄芩苷质量浓度分别为 3.21, 1.42, 0.90, 2.19, 1.90 g·L<sup>-1</sup>。

### 3 讨论

百咳静糖浆由黄芩、黄柏、陈皮、麻黄等 16 味药

经提取加工制成。黄芩为方中君药之一, 故选择黄芩苷为含量测定指标, 参考《中国药典》2010 年版一部收载“牛黄解毒片”的含量测定方法, 采用 HPLC 测定处方中黄芩苷含量。试验中主峰与相邻组分分离度良好, 且阴性溶液无干扰。方法学考察表明该方法的线性、精密度、稳定性、重复性、回收率试验均符合有关规定, 因此制定该含量测定项, 定量指标为黄芩苷, 定量方法 HPLC。本实验与文献报道相比, 增加了黄芩、黄柏、陈皮、麻黄等药物的 TLC 鉴别方法<sup>[9-10]</sup>, 为百咳静制剂的质量控制提供实验依据。

### 【参考文献】

[1] 唐德智. 通宣理肺胶囊中柚皮苷、橙皮苷和黄芩苷的含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (12): 93.

[2] 赵玉佳, 孟祥丽, 鞠宝玲. HPLC 测定双黄连口服液中药芩苷的含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15 (4): 90.

[3] 刘玉辉, 于露. TLC 法对制剂中黄芩、甘草、陈皮的定性鉴别方法 [J]. 工企医刊, 2010, 23 (4): 82.

[4] 张文海, 付兆柱, 姜金凤. 麻黄及其常见伪品性状鉴别 [J]. 求医问药, 2011, 9 (4): 125.

[5] 彭娟, 郭娜, 范斌, 等. 黄连解毒汤高效液相色谱指纹图谱研究及指标成分的含量测定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (10): 67.

[6] 李正国, 孙兆伟, 刘琳琳. 栀子金花丸中黄连、黄柏薄层鉴别方法研究 [J]. 中国药事, 2010, 24 (11): 1122.

[7] 方婧, 付梅红, 杨洪军, 等. 微波协助提取在中药饮片含量测定中的应用 (1)——微波法与药典法测定黄芩中黄芩苷含量比较研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17 (21): 46.

[8] 赵志军, 王连水. 小柴胡颗粒薄层鉴别及黄芩苷含量测定方法的研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2005, 11 (3): 22.

[9] 李洪亮, 王珊珊, 刘明, 等. 高效液相色谱法测定百咳静颗粒 (儿童型) 中黄芩苷的含量 [J]. 广东药学院学报, 2011, 27 (3): 247.

[10] 李葆华. HPLC 测定百咳静糖浆中黄芩苷含量 [J]. 中华医学研究与实验, 2004, 2 (7): 208.

[11] 崔佳, 鲁燕侠, 仝青英, 等. 感咳清颗粒中黄芩苷的含量测定 [J]. 中国中药杂志, 2003, 28 (5): 462.

[责任编辑 仝燕]