

抗感利咽胶囊的质量标准研究

王明星, 于秀华, 刘永强

(长春中医药大学附属医院实验中心, 长春 130021)

[摘要] 目的:研究抗感利咽胶囊的质量控制标准。方法:采用薄层色谱法对胶囊中玄参、黄芩、牡丹皮进行定性鉴别,并用高效液相法对胶囊中的金银花进行含量测定。结果:薄层色谱分离清晰,阴性无干扰。绿原酸在0.0968~0.968 μg呈良好的线性关系。平均加样回收率为97.03%,RSD 1.54%(n=6)。结论:该方法专属性强,灵敏度高,重复性好,可用于该胶囊的质量控制。

[关键词] 抗感利咽胶囊;质量标准;绿原酸;薄层色谱;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(2011)09-0090-03

Quality Standard Study for Kanggan Liyan Capsule

WANG Ming-xing, YU Xiu-hua, LIU Yong-qiang

(liated Hospital to Changchun University of Chinese Medicine, Changchun 130021, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality standard for Kanggan Liyan Capsule. **Method:** Radix Scrophulariae, Radix Scutellariae and Cortex Moutan in Kanggan Liyan Capsule were identified by TLC; the content of chlorogenic acid in Flos Lonicerae japonicae was determined by HPLC. **Result:** The TLC spots developed were fairly clear, and the blank test showed no interference. Chlorogenic acid was linear in the range of 0.0968-0.968 μg; the average recovery was 97.03% and RSD was 1.54% (n=6). **Conclusion:** The selective, sensitive and reproducibility of the method are good; the method can be used for quality of control of Kanggan Liyan Capsule.

[Key words] Kanggan Liyan Capsule; quality standard; chlorogenic acid; TLC; HPLC

抗感利咽胶囊为我院研制开发的一种新药,由地黄、麦冬、玄参、金银花、连翘、黄芩、杠板归、牡丹皮等到12种中药组成的。该药滋阴清热解毒,化痰消肿止痛。用于治疗急性咽炎或慢性咽炎急性发作(风热证),本文对抗感利咽胶囊的质量标准进行了研究,对胶囊中黄芩、玄参、牡丹皮进行定性鉴别,并用高效液相法对胶囊中的金银花进行含量测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 LC-2010A 高效液相色谱仪(日本岛津), C₁₈柱(4 mm × 250 mm, 5 μm), SPD-10Avp 检测器, class-VP 色谱工作站; LibrorAEG-200 电子天平(日本岛津); KQ-100 超声波清洗器。

1.2 药品和试剂 柴胡对照药材(批号120992-200509)、α-香附酮(批号110748-200608)、川芎对照药材(批号120918-200608)、栀子苷对照品(批号110749-200613)购于中国药品生物制品检定所;抗感利咽胶囊购于本医院药剂科自制;超纯水;乙腈、磷酸为色谱纯;其他试剂为分析纯。

2 定性鉴别

2.1 玄参的薄层鉴别 取本品5g,研细,加水饱和的正丁醇40 mL,超声20 min,放冷,滤过,滤液用1%氢氧化钠溶液提取2次,每次20 mL,弃去,正丁醇层再用正丁醇饱和的水30 mL洗1次,弃去水液,正丁醇层蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取玄参对照药材1g,加水饱和正丁醇20 mL超声处理30 min,过滤,滤液蒸干,残渣加甲醇2 mL使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录VI B)试验,吸取上

[收稿日期] 20100906(009)

[第一作者] 王明星,助理研究员,博士,从事中药新药研究, Tel:15948000913, E-mail:horse1106@sohu.com

述2种溶液各10 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇(5:1)为展开剂,展开、取出、晾干,喷以1%香草醛乙醇溶液-3%高氯酸溶液(1:1)的混合溶液(现用现配),105℃加热至斑点清晰。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。阴性无干扰,重现性好。

2.2 黄芩的薄层鉴别 取本品3g,研细,置具塞锥形瓶中,加甲醇50mL,超声提取30min,滤过,滤液蒸干。残渣加水20mL使溶解,用乙醚提取3次,每次20mL,弃去乙醚层,水层再用水饱和的正丁醇提取3次,每次20mL,合并正丁醇层,蒸干,残渣加甲醇1mL使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,加甲醇制成1g·L⁻¹的溶液,作为对照品溶液。同法制成不含黄芩的阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录VI B)试验,吸取上述3种溶液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1)为展开剂,展开、取出、晾干,喷以1%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。阴性无干扰,重复性好。

2.3 牡丹皮的薄层鉴别 取本品5g,研细,置锥形瓶中,加乙醚50mL浸渍3h,过滤,滤液自然挥干,残渣加丙酮1mL使溶解,作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品,加丙酮制成每1g·L⁻¹的溶液,作为对照品溶液。同法制成不含牡丹皮的阴性对照溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000年版一部附录VI B)试验,吸取上述3种溶液各10 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(3:1)为展开剂,展开、取出、晾干,喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液,加热至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的颜色的斑点。

3 含量测定

3.1 色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,乙腈-0.4%磷酸(15:85)流动相,检测波长为327nm。理论板数按绿原酸峰计算不低于2000。见图1。

3.2 对照品溶液的制备 精密称取绿原酸对照品适量,置棕色量瓶中,加50%甲醇制成50mg·L⁻¹的溶液,摇匀,即得。

3.3 供试品溶液的制备 取本品约0.24g,研细,精密称定,置50mL棕色量瓶中,加入50%甲醇30mL,超声提取30min(100W,40Hz),放冷,再用

50%甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤(0.45 μm微孔滤膜),即得。

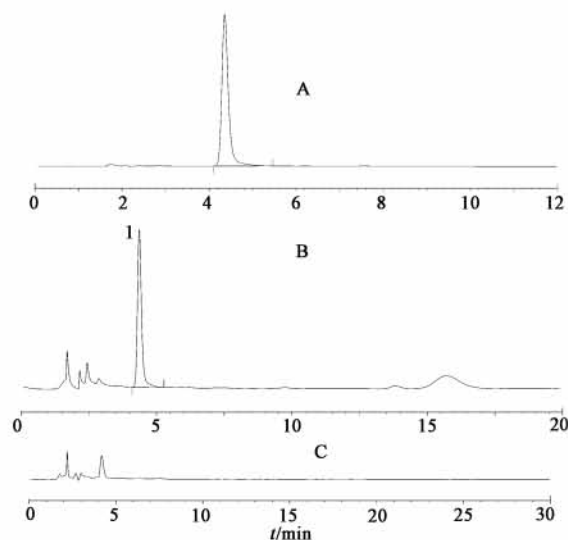


图1 抗感利咽胶囊色谱

A. 对照品; B. 供试品; C. 阴性; 1. 绿原酸

3.4 空白试验 为进一步确定方法的可行性,取不含金银花的阴性对照液,依法测定,结果阴性对照液色谱在与对照品峰相应的保留时间处无色谱峰,表明无干扰,方法可行。

3.5 标准曲线的制备 分别精密吸取对照品溶液2.0,5.0,10.0,15.0,20.0 μL,注入液相色谱仪,测定,以峰面积分值为纵坐标,以对照品进样量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程 $Y = 2\ 611\ 623.59X + 9\ 937.95$, $r = 0.999\ 9$ 。线性范围0.0968~0.968 μg。

3.6 精密度试验 取同一对照品溶液,连续进样5次,进样量10 μL,依法测定,结果其RSD 0.16%。试验结果表明精密度较好。

3.7 稳定性试验 取同一供试品溶液,进样10 μL,依正文方法在0,2,4,6,8 h测定,结果其RSD 0.32%。试验结果表明,栀子苷在12 h以内是稳定的。

3.8 重复性试验 取批号为090301的样品,依正文方法测定5次,绿原酸的含量为11.56,11.49,11.23,11.39,11.49 mg·g⁻¹。其RSD 1.12%。试验结果表明重复性好。

3.9 回收率试验 取批号为041125样品约0.12g(10.74 mg·g⁻¹),研细,精密称定,加入绿原酸对照品溶液5 mL(浓度为0.2605 g·L⁻¹),按正文方法进行测定,计算回收率,结果,见表1。

表 1 绿原酸加样回收率测定

No.	取样量/g	样品中含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
1	0.122 5	1.315 7	1.302 5	2.569 8	96.287 9	97.03	1.54
2	0.130 7	1.403 7	1.302 5	2.654 1	95.998 6		
3	0.120 9	1.298 5	1.302 5	2.592 7	99.365 4		
4	0.129 6	1.391 9	1.302 5	2.656 8	97.112 9		
5	0.131 4	1.411 2	1.302 5	2.652 7	95.313 9		
6	0.127 8	1.372 6	1.302 5	2.649 3	98.120 7		

试验结果表明回收率平均值为 97.03% , RSD 1.54% , 证明此方法可行。

3.10 样品的含量测定 按正文方法测定 3 批样品的含量, 结果, 见表 2。

表 2 3 批样品中绿原酸含量测定 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$

批次	1	2
1	10.92	10.74
2	10.84	11.15
3	10.81	10.62

根据 3 批样品测定结果, 其平均含量为 $10.86 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$,

3.11 药材的含量测定 本抗感利咽胶囊所用金银花药材, 购于北京同仁堂药店吉林省分店。按《中国药典》2000 年版一部金银花项下含量测定方法, 测定 3 批药材中绿原酸的含量, 结果为 1.51% , 1.53% , 1.56% , 符合药典要考虑药材来源, 炮制方法, 运输及贮藏各方面的影响, 按平均含量的 80% 计, 确定含金银花以绿原酸计, 不得少于 $8.5 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

4 讨论

现在采用薄层色谱法对胶囊中玄参、黄芩、牡丹皮进行定性鉴别, 并用高效液相法对胶囊中的金银进行含量测定。本法快速、准确、易于操作, 从而可有效控制本胶囊的质量。

本品处方由 12 味中药组成, 地黄、麦冬、玄参为君药, 为《中国药典》收载的药材, 根据文献报道, 地黄、玄参主要成分为环烯醚萜苷类, 麦冬的主要成分为皂苷类, 2005 年版《中国药典》中也均无相应的含量测定项。金银花为方中臣药, 为药典收载品种, 成分清楚, 其测定方法成熟, 且其主要成分绿原酸的含量较高, 并为处方中主要药效成分。因此对其确定为含量测定项, 能有效的控制本胶囊的质量。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2005:76, 119, 153, 211.
- [2] 孙文基. 天然药物成分定量分析[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2003:98.
- [3] 庞晓阳, 尚立霞. 高效液相色谱法测定金青感冒颗粒中绿原酸的含量[J]. 时珍国医国药, 2005, 8:36.
- [4] 陈艳华, 孙丽娟. 反相高效液相色谱法测定胆香鼻片中绿原酸的含量[J]. 中国药事, 2005, 12:19.
- [5] 张凤芝, 杨翠明, 莫日根高娃, 等. 高效液相色谱法测定明目十六味丸中绿原酸的含量[J]. 中国民族医药杂志, 2006, 6:21.
- [6] 许海棠, 卢建芳, 蓝虹云. 高效液相色谱法测定止咳宁嗽胶囊中的绿原酸和橙皮苷[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 4(8):10.

[责任编辑 蔡仲德]