

•含量测定•

# 清咽喷雾剂定性定量方法

陈燕\*, 许岩, 陈兆全  
(兰州石化总医院, 甘肃 兰州 730060)

[摘要] 目的: 建立清咽喷雾剂的质量控制方法。方法: 采用薄层色谱法鉴别其中玄参、金银花、黄芩; 采用液相色谱法测定其中穿心莲内酯的含量。结果: 玄参、金银花、黄芩的薄层色谱法鉴别方法有良好的重现性、专属性; 穿心莲内酯在 48.1~240.3  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  浓度范围内线性关系良好( $r=0.9999$ ), 平均回收率为 100.1% (RSD=0.32)。结论: 该方法可用于清咽喷雾剂的质量控制。

[关键词] 清咽喷雾剂; 质量控制; 薄层色谱法; 液相色谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2008)07-0001-02

## Study on Qualitative and Quantitative methods of Qingyan Spray

CHEN Yan\*, XU Yan, CHEN Zhao-quan

(Department of Pharmacy, General Hospital of Lanzhou Petrochemical Co., Lanzhou 730060, China)

[Abstract] **Objective:** To develop the qualitative and quantitative methods for Qingyan spray. **Methods:** Figwort root, Honeysuckle flower, Baikal skullcap Root in the spray were identified by TLC. The content of Andrographolide was determined by HPLC. **Results:** The TLC methods for the identification of Figwort root Honeysuckle flower Baikal skullcap Root was reliable and specific. The calibration curve for Andrographolide was linear in the range of 48.1~240.3  $\mu\text{g}/\text{ml}$  ( $r=0.9999$ ). The average recovery of Andrographolide was 100.1% (RSD=0.32%). **Conclusions:** The methods can be applied to the quality control of Qingyan Spray.

[Key words] Qingyan Spray; quality control methods; TLC; HPLC

清咽喷雾剂是由玄参、桔梗、金银花和甘草等多种中药制成的医院制剂。具有养阴清热解毒、润肺利咽等功能, 临床用于治疗咽炎。为确保药品的质量, 本文对清咽喷雾剂的质量标准进行了研究。

### 1 仪器、试剂和药品

LC-10Atp 高效液相色谱仪(日本岛津)、Agilent8453UV 紫外分光光度仪、Mettler Toledo AX405 电子天平、PHS-3B 型 PH 计、氯原酸对照品、黄芩苷

对照品、穿心莲内酯对照品(中国生物制品检验所提供) 清咽喷雾剂(本院自制批号: 20060701) 所用试剂为分析纯。

### 2 质量控制

**2.1 处方** 玄参 750 g、桔梗 250 g、金银花 2 000 g、黄芩 1 500 g、青果 500 g、甘草 500 g、穿心莲 2 500 g。

**2.2 制法** 取玄参、桔梗、黄芩、青果和甘草, 粉碎成粗粉, 10 倍水提取煎煮 2 次, 每次煮 1.5 h, 浓缩到 900 mL; 穿心莲粉碎成粗粉以 70% 的乙醇渗漉提取, 溶媒用量为 8 倍量, 乙醇溶液浓缩到 500 mL。金银花用 10 倍量的 75% 的乙醇回流提取 2 次, 每次 1.5 h, 浓缩到 500 mL; 合并浓缩液, 加入 1.5% 甜菊甙和 0.2% 苯甲酸钠, 调节 pH 在 5~6 之间, 混匀, 滤过, 即得。

[收稿日期] 2007-08-29

[基金项目] 甘肃省科技厅科技攻关项目(2GS064-B43-020-38); 兰州石油化工公司 2006 年科研计划资助项目(LZSH-JSKF-2006-10)

[通讯作者] \* 陈燕, Tel: (0931) 7588758; E-mail: yanchenjmjt@126.com

## 2.3 薄层色谱鉴别

**2.3.1 玄参** 取本品10 mL, 蒸干, 残渣加甲醇2 mL溶解作为供试液。取玄参对照药材2 g, 研细, 加甲醇50 mL超声处理20 min, 滤过, 蒸干, 残渣加甲醇溶解制成对照药材溶液。取除去玄参按2.2法制成的阴性液10 mL, 与供试品液同方法制成阴性对照液。吸取上述3种溶液各10  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇(10:0.5)的溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以10%硫酸乙醇溶液, 在105  $^{\circ}$ C烘约5 min, 在供试品中, 和对照品相应的位置上斑点显色清晰, 阴性对照无干扰<sup>[1]</sup>。

**2.3.2 金银花** 取本品10 mL蒸干, 加甲醇4 mL溶解作为供试品溶液。另取绿原酸对照品, 加甲醇制成每1 mL含1 g的溶液作为对照品溶液。取缺金银花的阴性制剂10 mL, 按与供试品液相同的制备方法制备。照薄层色谱法试验, 吸取供试品溶液, 对照品溶液及阴性对照溶液各10  $\mu$ L, 分别点于同一羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶H薄层板上, 以醋酸丁酯-甲酸-水(7:2.5:2.5)的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外灯(365 nm)下检视, 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, 阴性对照无干扰。

**2.3.3 黄芩** 取本品10 mL, 水浴挥干, 再加甲醇5 mL使溶解; 取黄芩苷对照品适量, 加乙醇制成浓度为0.5 mg $\cdot$ mL<sup>-1</sup>的溶液。取缺黄芩阴性制剂10 mL, 按与供试品液相同的制备方法制成阴性对照液。吸取上述3种溶液各10  $\mu$ L, 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, 展距为10.5 cm, 取出晾干, 喷2%的FeSO<sub>4</sub>乙醇液显色。供试品色谱中, 在与对照品相应位置上, 显相同的蓝黑色斑点, 阴性对照无干扰<sup>[2]</sup>。

## 2.4 含量测定<sup>[3]</sup>

**2.4.1 色谱条件与系统适用性实验** Lc-10Atvp高效液相色谱仪 C<sub>18</sub>柱(4.6 mm $\times$ 250 mm, 5  $\mu$ m)用十八烷基硅烷; 流动相: 甲醇-乙腈-水(50:10:40); 柱温: 35  $^{\circ}$ C流速: 1.0 mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>检测波长为254 nm。理论板数按穿心莲内酯峰计算应不化于1 500。

**2.4.2 对照品溶液的制备** 精密称取穿心莲内酯对照品60.08 mg, 加流动相制成每1 mL约含穿心莲内酯600  $\mu$ g $\cdot$ mL<sup>-1</sup>的溶液, 分别精密量取2.0, 4.0,

0.6, 0.8, 10.0 mL, 置25 mL量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

**2.4.3 供试品溶液的制备** 精密量取本品5 mL, 置250 mL量瓶中, 用流动相稀释至刻度; 精密量取本品3 mL, 置200 mL量瓶中用流动相稀释至刻度, 制成每1 mL含穿心莲内酯120  $\mu$ g的溶液, 摇匀作为供试品溶液。

**2.4.4 线性关系考察** 分别取对照品溶液10  $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。结果表明: 在(48.1~240.3)  $\mu$ g $\cdot$ mL<sup>-1</sup>浓度范围内, 穿心莲内酯的浓度和峰面积呈良好的线性关系。以峰面积(A)对浓度(C:  $\mu$ g $\cdot$ mL<sup>-1</sup>)作线性回归的回归方程为  $A = 4.49 \times 10^6 C - 2.24 \times 10^5$ ;  $r = 0.9999$ 。

**2.4.5 精密度及稳定性试验** 精密量取同一供试品溶液10  $\mu$ L分别于0, 1, 2, 4, 6, 8, 12 h注入液相色谱仪, 记录色谱图。结果RSD%为0.59( $n = 7$ )表明清咽喷雾剂中穿心莲内酯室温条件下在12 h内基本稳定。

**2.4.6 回收率试验** 精密量取已知含量的同一批样品溶液5份, 每份5 mL, 分别加入穿心莲内酯对照品适量, 依法测定并计算回收率, 结果平均回收率为100.1%, RSD为0.32%。

**2.4.7 样品含量测定** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10  $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 以穿心莲内酯对照品为外标, 用两点法计算测定样品中穿心莲内酯的含量分别为: 6.7, 6.2, 6.5, 6.3, 6.2 mg $\cdot$ mL<sup>-1</sup>。

## 3 小结

本文重点介绍了清咽喷雾剂的鉴别和含量测定。我们采用薄层色谱法鉴别了清咽喷雾剂中的玄参、金银花和黄芩。用高效液相色谱法测定了清咽喷雾剂中穿心莲内酯的含量, 方法稳定准确。可较好控制本品的质量。

## [参考文献]

- [1] 阴健, 郭力弓. 中国现代研究与临床应用[M]. (1), 北京: 北京学苑出版社, 1993. 610.
- [2] 聂继红, 王萍, 武琳. 黄芩、黄柏提取工艺的研究概述[J]. 新疆中医药, 2005, 23(1): 64.
- [3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2005. 附录27-28.