

# 碧云喷雾剂定性定量方法研究

陈丹, 李若存\*

(湖南省中医药研究院中药研究所, 湖南长沙 410013)

**[摘要]** 目的: 建立碧云喷雾剂的定性定量测定方法。方法: 采用TLC法对方剂中的鹅不食草、川芎、辛夷进行鉴别; 用高效液相色谱法测定黄芩苷的含量。结果: 在TLC色谱中检出鹅不食草、川芎、辛夷; 黄芩苷在0.106~0.636 μg范围呈良好的线性关系,  $r=0.9999$ , 平均回收率97.7%, RSD为1.5%。结论: 所建立的方法能够用于本品的质量控制。

**[关键词]** 碧云喷雾剂; 定性定量分析; 高效液相色谱法; 黄芩苷

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)01-0017-02

碧云喷雾剂系由鹅不食草、黄芩、川芎、辛夷等多味药研制而成的中药6类新药, 功能辛温通窍, 祛风散寒。用于治疗变应性鼻炎虚卫弱证, 症见鼻痒、喷嚏、鼻塞、流清涕, 眉棱骨酸痛。为了有效地控制其质量, 对方剂中的主要药味鹅不食草、川芎、辛夷分别进行了薄层鉴别, 对黄芩中的黄芩苷采用高效液相色谱法进行了含量测定。

## 1 仪器与试剂

LC-10A 高效液相色谱仪(日本岛津); 岛津 SPD-10A 检测器; N2000 色谱工作站; 鹅不食草对照药材(批号: 1053-0301)、黄芩苷对照品(批号: 110715-200413)、辛夷对照药材(批号: 1079-0301)、川芎对照药材(批号: 120918-200406)均由中国药品生物制品检定所提供; 化学试剂均为分析纯; 碧云喷雾剂由本院制剂室提供, 批号: 050605, 050610, 050615。

## 2 薄层鉴别

**2.1 鹅不食草的鉴别** 取碧云喷雾剂20 mL, 通过聚酰胺柱(30~60目, 2 g, 内径1~1.5 cm, 用水湿法上柱), 再用30 mL水洗, 通过液和水洗液合并, 通过D<sub>101</sub>型大孔树脂柱(内径1.5 cm, 柱高15 cm), 先用水洗至流出液无色, 再用乙醇25 mL洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇5 mL使溶解, 滤过, 滤液加于中性氧化铝柱(100~200目, 2 g, 内径1~1.5 cm, 甲醇湿法上柱)上, 用甲醇30 mL洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇1 mL使溶解, 作为供试品溶液。另

外称取鹅不食草对照药材2 g, 加10倍量水加热提取2次, 每次1.0 h, 滤过, 滤液浓缩至20 mL, 通过D<sub>101</sub>型大孔树脂柱(14~30目, 2 g, 内径1~1.5 cm)上, 先用水洗至流出液无色, 再用乙醇25 mL洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加甲醇1 mL溶解, 作为对照药材溶液。取缺鹅不食草的阴性对照样品溶液20 mL, 同法制成阴性对照溶液。吸取上述3种溶液各15 μL, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶G薄层板上, 以乙酸乙酯-甲醇-水(4:1:0.1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以10%硫酸乙醇溶液, 在90℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色的斑点, 而阴性对照液在该位置无此斑点。

**2.2 川芎的鉴别** 取碧云喷雾剂5 mL, 加乙醚提取3次, 每次20 mL, 分取乙醚层, 乙醚溶液常温挥干, 残渣加乙酸乙酯1 mL使溶解, 摇匀, 作为供试品溶液。另取川芎对照药材1 g, 加乙醚20 mL, 加热回流1 h, 滤过, 滤液挥干, 残渣加乙酸乙酯1 mL使溶解, 摇匀, 作为对照药材溶液。取缺川芎的阴性对照样品溶液5 mL, 同法制成阴性对照溶液。吸取上述3种溶液各10 μL, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶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, 置紫外灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 而阴性对照液在该位置无此斑点。

**2.3 辛夷的鉴别** 取碧云喷雾剂30 mL, 置分液漏斗中, 用三氯甲烷提取2次, 每次20 mL, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣加三氯甲烷1 mL使溶解, 作为供试

**[收稿日期]** 2006-05-17

**[通讯作者]** \* 李若存, Tel: (0731) 8807491; E-mail: ruocun2003@ yahoo. com. cn

品溶液。另外称取辛夷对照药材 1 g, 加三氯甲烷 15 mL, 加热提取 10 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加三氯甲烷 2 mL 使溶解, 作为对照药材溶液。取缺辛夷的阴性对照样品溶液 30 mL, 同法制成阴性对照溶液。吸取上述 3 种溶液各 15  $\mu$ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-乙醚 (5: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 90  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色的斑点, 而阴性对照液在该何置无此斑点。

### 3 含量测定<sup>[1]</sup>

**3.1 色谱条件** 色谱柱: 依利特 C<sub>18</sub> 柱, (4.6 mm  $\times$  200 mm, 5  $\mu$ m); 检测波长: 280 nm; 流动相: 甲醇-水-磷酸(40: 60: 0.4); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 25  $^{\circ}$ C; 理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2 500。

**3.2 对照品溶液的制备** 精密称取在 60  $^{\circ}$ C 减压干燥 4 h 的黄芩苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 50  $\mu$ g 的溶液, 即得。

**3.3 供试品溶液的制备** 精密量取本品 5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**3.4 阴性对照实验** 取除黄芩外的其余处方量药材, 按制备工艺制备缺黄芩的阴性样品, 再按上述供试品溶液制备方法制成缺黄芩的阴性溶液, 测定液相色谱并与供试液色谱比较, 结果表明, 阴性对照液对黄芩苷的测定无干扰。

**3.5 线性关系考察** 精密吸取浓度为 53  $\mu$ g/mL 的黄芩苷对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10, 12  $\mu$ L 进样, 测定其峰面积积分值, 以进样量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 其回归方程为:  $Y = 1.492 \times 10^5 + 8.170 \times 10^3$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明黄芩苷在 0.106~0.636  $\mu$ g 范围内具有良好的线性关系。

**3.6 精密度试验** 取同一供试品溶液, 精密吸取 10  $\mu$ L, 注入液相色谱仪, 连续测定 6 次, 计算 RSD(%) 为 1.0%, 说明精密度良好。

**3.7 稳定性试验**, 取同一供试品溶液, 分别在 0.4、8、12、24 h 精密吸取 10  $\mu$ L, 进样测定, 计算结果 RSD(%) 为 1.3%, 说明 24 h 内稳定性良好。

**3.8 重复性试验**, 取同一批号样品 6 份, 分别制备供试品溶液, 测定、计算。结果 RSD(%) 为 1.5%, 说

明重复性良好。

**3.9 回收率试验** 精密量取已知含量为 2.214 4 mg/mL 的同批样品 5 mL, 共 5 份, 分别精密加入黄芩苷对照品溶液(0.106 mg/mL) 10.0 mL, 即 1.06 mg, 照供试品溶液的制备方法, 以上述条件进行测定, 计算回收率, 平均值为 97.7%, RSD 为 1.5%。结果见表 1。

**3.10 3 批样品测定数据** 取 3 批样品, 按上述方法测定, 结果见表 2。

表 1 黄芩苷加样回收率测定结果

样品中含量 (mg)	添加量 (mg)	实测量 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
11.07	1.06	12.09	96.2		
11.07	1.06	12.10	97.2		
11.07	1.06	12.13	100.0	97.7	1.5
11.07	1.06	12.10	97.2		
11.07	1.06	12.12	98.1		

表 2 样品中含量测定结果(n=3)

批号	050605	050610	050615
含量(mg/mL)	2.20	2.22	2.20

## 4 讨论

鹅不食草为方中君药, 据文献报道<sup>[2]</sup>, 该植物含有挥发油、甾体类、萜类及黄酮类成分, 中国药典 2005 版一部鹅不食草鉴别项下未收载薄层鉴别, 我们在研究碧云喷雾剂中鹅不食草鉴别方法时, 采用聚酰胺及 D<sub>101</sub> 大孔树脂处理供试品, 排除了其他成分的干扰, 可检出明显的紫红色斑点, 通过阴性对照实验及 3 批样品的观察, 表明本法成立, 其特征成分可能为三萜类成分。本法也可作为鹅不食草及其他制剂的薄层鉴别方法。

辛夷在中国药典 2005 版一部薄层鉴别项下收载有木兰脂素的鉴别方法<sup>[1]</sup>。实验中曾拟参照该法鉴别本品中的辛夷, 未获成功, 后经反复试验, 确立了本文的方法, 通过阴性对照实验及 3 批样品的实验观察, 阴性未见干扰, 确认本法可行。

## [参考文献]

- [1] 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. 211, 126.
- [2] 刘宇, 杨艳芳, 刘红兵, 等. 鹅不食草的化学成分及生物活性研究进展[J]. 湖北中医杂志. 2005, 27(5): 52-53.