

润肺止咳胶囊质量标准的研究

李俊江

(甘肃省白银市白银区中医院, 甘肃 白银 730900)

摘要:目的: 建立润肺止咳胶囊的质量标准。方法: 采用TLC法对方剂中的浙贝母、陈皮、甘草进行定性鉴别; 用HPLC法测定黄芩苷的含量。结果: 薄层色谱法均能检出浙贝母、陈皮、甘草; 黄芩苷在0.14~0.7 μ g范围内呈良好的线性关系, $r=0.9997$, 平均回收率99.5%, RSD 为1.3%。结论: 本法简便、准确、重现性好, 可用于润肺止咳胶囊的质量控制。

关键词: 润肺止咳胶囊; 质量标准; 黄芩苷; HPLC

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2003)02-0016-02

A Study on Quality Standard of Runfeizhisou Capsule

LI Jun-jiang

(Baiyin Hospital of Traditional Chinese Medicine, Baiyin 730900, China)

Abstract: Objective: To establish the quality standard of Runfeizhisou capsule. Methods: Bulbus Fritillariae Thunbergii, Pericarpium Citri Reticulatae and Radix Glycyrrhizae were identified by TLC. Baicalin was determined by HPLC. Results: Bulbus Fritillariae Thunbergii, Pericarpium Citri Reticulatae and Radix Glycyrrhizae could be identified by TLC; Baicalin showed a good linear relationship at the range of 0.14~0.7 μ g, $r=0.9997$. The average recovery was 99.5% and RSD was 1.3%. Conclusion: The method is simple, accurate with a good reproducibility, it can be used for the quality control of Runfeizhisou Capsule.

Key words: Runfeizhisou capsule; Quality standard; Baicalin; HPLC

润肺止咳胶囊是根据《杏苏散》研制而成的医院药房制剂, 由杏仁、紫苏叶、北沙参、瓜蒌、浙贝母、陈皮、黄芩、桑白皮、甘草等组成, 具有轻宣润肺, 止咳化痰的功能, 用于外感风燥犯肺咳嗽, 日久不止, 咳嗽不畅, 或有轻度恶寒发热, 头痛等症, 在临床应用中取得了确切的疗效。为了有效控制该制剂的质量, 采用薄层色谱法对浙贝母、陈皮、甘草进行了定性鉴别研究, 黄芩中黄芩苷为本品有效成分之一, 且含量较高, 选用高效液相色谱法对样品中的黄芩苷进行了含量测定。

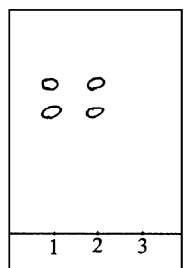
1 仪器与试剂

SP-8800型高效液相色谱仪; SP-200型紫外检测仪; SP-4400数据处理仪; 硅胶G薄层板、硅胶GF₂₅₄薄层板(青岛海洋化工厂); 黄芩苷、贝母素甲、贝母素乙、橙皮苷、甘草次酸、甘草对照材(中国药品生物制品检定所, 其中黄芩苷为供含量测定用); 甲醇为

色谱纯, 水为亚沸重蒸馏水, 其它所用试剂均为分析纯; 润肺止咳胶囊及阴性对照品(本院制剂室自制)。

2 薄层定性鉴别^[1]

2.1 浙贝母的薄层鉴别 取本品内容物4g, 加浓氨试液2ml, 乙醚20ml, 振摇提取20min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加醋酸乙酯1ml使溶解, 作为供试品溶液。同法制得缺贝母的阴性对照品溶液。另取贝母素甲与贝母素乙对照品, 加甲醇制成每1ml含0.5mg的混合溶液, 作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各10 μ l, 分别点于同一硅胶G薄层板上, 以甲苯-丙酮-无水乙醇-氨水(20:20:5:2)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应位置上, 显相同颜色的斑点, 阴性对照无干扰。见图1。



1. 贝母素甲、贝母素乙; 2. 供试品; 3. 阴性对照品

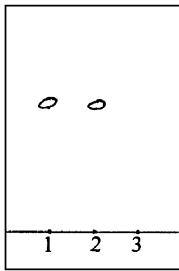
图1 浙贝母 TLC图谱

2.2 陈皮的薄层鉴别^[2] 取本品内容物2.0g, 加甲醇50ml, 超声处理30min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加1ml使溶解, 作为供试品溶液。同法制得缺陈皮的阴性

收稿日期: 2002-06-20

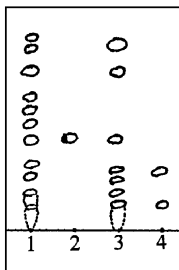
基金项目: 甘肃省白银市“星火”科学技术项目(XH2001-3-2-010A)

对照品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各5 μ l,分别点于同一用0.5%氢氧化钠制备的硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂展开3cm,取出,晾干,再以甲苯-醋酸乙酯-甲酸水(20:10:1:1)的上层溶液为展开剂,展至约8cm,取出,晾干,喷以5%的三氯化铝乙醇溶液,置紫外灯(365nm)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橙黄色荧光斑点,阴性对照液无此斑点。见图2。



1. 橙皮苷对照品; 2. 供试品; 3. 阴性对照品
图2 陈皮 TLC图谱

2.3 甘草的薄层鉴别 取本品内容物2.0g,加盐酸1ml,氯仿15ml,加热回流1h,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿1ml使溶解,作为供试品溶液。同法制得缺甘草的阴性对照品溶液。另取甘草对照药材1g,同法制成对照药材溶液。再取甘草次酸对照品,加无水乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。吸取上述四种溶液各5 μ l,分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上,以石油醚(30~60℃)-苯-醋酸乙酯-冰醋酸(5:10:4:0.6)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,阴性无干扰。见图3。



1. 甘草对照药材; 2. 甘草次酸; 3. 供试品; 4. 阴性对照品
图3 甘草 TLC图谱

3 黄芩苷的含量测定^[1]

3.1 色谱条件与系统适用性实验

色谱柱: 国产C₁₈柱(淮阴精化, 4.6 × 150mm); 流动相: 甲醇-水-冰醋酸(50:50:1); 流速: 1.0ml/min; 检测波长: 274nm; 柱温: 室温; 进样量: 10 μ l; 理论塔板数: 按黄芩苷峰计算本实验测得为2617。

3.2 供试品溶液及对照品溶液的制备 取本品内容物0.1g,精密称定,置50ml容量瓶中,加70%乙醇30ml,超声处理30min,放置至室温,稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。同法制得缺黄芩的润肺止咳胶囊阴性对照液。另精密称取黄芩苷对照品适量,加甲醇制成每1ml含30 μ g的溶液,即得对照品溶液。在上述色谱条件下分别精密吸取对照品溶液、阴性对照品溶液、供试品溶液各10 μ l注入液相色谱仪测定。

3.3 线性关系考察 精密称取黄芩苷对照品适量,加甲醇制成每1ml含0.07mg的溶液,精密吸取上述溶液2.4.6.8.10 μ l,分别注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,记录峰面积,以进样量为横坐标,相应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为 $C = 2.62547 \times 10^{-7} A + 0.022268$, $r = 0.9997$ ($n = 5$)。结果表明,黄芩苷在0.14~0.7 μ g范围内峰面积积分值与浓度呈良好的线性关系。

3.4 精密度试验 精密吸取对照品溶液(0.0302mg/ml)10 μ l,连续进样5次,依法测定峰面积积分值。结果RSD为1.9%,表明精密度良好。

3.5 加样回收试验 取已知含量的同一批样品五份,分别加入一定浓度的对照品溶液(0.492mg/ml)1ml 2ml 3ml 4ml 5ml,依法提取,用所建立的方法进行测定,计算回收率。结果见表1。

表1 回收率试验(010630)

称样量 (g)	原有量 (mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
0.1210	1.6861	0.492	0.486	98.8	
0.0997	1.3893	0.984	0.964	98.0	
0.0921	1.2834	1.476	1.483	100.5	99.5
0.1225	1.7070	1.968	1.950	99.1	RSD = 1.3%
0.1039	1.4478	2.460	2.488	101.1	

3.6 重现性试验 取同一批号(010630)样品,按含量测定方法平行操作5份,结果黄芩苷平均含量为7.49mg/粒,RSD为0.7%。

3.7 样品的测定 精密称取本品内容物0.5g,按所建立的含量测定方法对3批样品进行含量测定,进样10 μ l,测定峰面积积分值,按外标两点法计算含量。结果见表2。

表2 样品中黄芩苷测定结果(n=3)

批号	含量(mg/粒)	RSD (%)
010630	7.49	0.7
011105	7.24	1.12
020105	7.56	0.81

4 结论

本制剂采用水提醇沉工艺生产,黄芩苷的提取用70%乙醇溶解,并经超声处理,测定效果良好,无杂质峰干扰。

参考文献:

[1] 中华人民共和国药典.一部[S].北京:化学工业出版社,2000.240,336,404,419.
[2] 苗明三,李振国.中药质量控制技术[M].北京:人民卫生出版社,2000.583.