

# 甘桑止咳颗粒剂质量标准的研究

任利<sup>1</sup>, 徐思康<sup>2</sup>, 杨照<sup>1</sup>, 海霞<sup>1</sup>, 孙永红<sup>1</sup>

(1 河南中医学院, 郑州 450008; 2 河南省药品检验所, 郑州 450003)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2001)02-0011-02

甘桑止咳颗粒剂由甘草、桑叶、黄芩、浙贝母、虎杖等组成, 具有疏风止咳、清宣理肺之功效, 主治风热袭肺引起的咳嗽, 痰黄而稠, 舌红脉数。黄芩甙为本品有效成分之一, 且含量较高, 因此, 选用高效液相色谱法测定样品中黄芩甙的含量, 并用薄层色谱法对甘草、浙贝母、虎杖进行了定性鉴别研究。

## 1 仪器、试剂与样品

高效液相色谱仪 Beckman 126 泵+ 166 紫外检测器。硅胶 G(青岛海洋化工厂)。所用试剂均为分析纯。黄芩甙、甘草次酸、贝母素甲、大黄素对照品(中国药品生物制品检定所, 其中黄芩甙为供含量测定用)。甘桑止咳颗粒剂(河南中医学院第一附属医院制剂室制备)。药材经河南中医学院鉴定教研室陈遂清鉴定, 甘草系豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch. 的干燥根及根茎; 黄芩系唇形科植物黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi. 的干燥根; 浙贝母系百合科植物浙贝母 *Fritillaria thunbergii* Miq. 的干燥鳞茎; 虎杖系蓼科植物虎杖 *Polygonum cuspidatum* sieb. et zucc. 的干燥根茎和根。

## 2 薄层定性鉴别

**2.1 甘草的鉴别<sup>[1]</sup>** 取本品 5g, 加水 15ml, 氯仿 15ml, 盐酸 3ml, 加热回流 1h, 放冷, 分取氯仿层, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加无水乙醇使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草次酸对照品, 加无水乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版一部 VIB) 试验, 吸取供试品溶液 10 $\mu$ l、对照品溶液 10 $\mu$ l, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(30 $^{\circ}$ C~ 60 $^{\circ}$ C)-苯-醋酸乙酯-冰醋酸(10: 20: 7: 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 加热 10min 至斑点显色清晰, 日光下检视, 供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同蓝灰色斑点。

**2.2 浙贝母的鉴别<sup>[1]</sup>** 取本品 7g, 加浓氨溶液 2ml, 苯 20ml, 超声处理 15min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加氯仿 0.5ml 溶解, 作为供试品溶液。取贝母素甲对照品, 加氯仿制成每 1ml 含 2mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版一部 VIB) 试验, 吸取供试品溶液 4 $\mu$ l, 对照品溶液 1 $\mu$ l, 分别点于同一以羧甲基纤维钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上, 以醋酸乙酯-甲醇-浓氨(17: 2: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以碘化铋钾试液显色, 在与对照品

色谱相应的位置上,显相同橙红色斑点。

**2.3 虎杖的鉴别<sup>[2]</sup>** 取本品 5g,加水 10ml,乙醚 10ml,轻轻振摇后,静置,分取乙醚层,挥去乙醚至 2ml,作为供试品溶液。取大黄素对照品加乙醚制成每 1ml 含 1mg 的溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版一部 VIB) 试验,吸取供试品溶液 4 $\mu$ l,对照品溶液 1 $\mu$ l,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 C 薄层板上,以苯-醋酸乙酯-甲醇(6:1:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,置氨气中熏后,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

### 3 黄芩甙的含量测定

**3.1 色谱条件与系统适用性试验<sup>[1]</sup>** C<sub>18</sub>-OD5 柱(5 $\times$ 250nm),瑞士 SPHERIGEL Silica 5 $\mu$ m;流动相为甲醇-水-磷酸(150:100:0.8),检测波长 277nm,柱温:室温;流速 1ml/min;理论板数按黄芩甙峰计算,不低于 2000。

**3.2 供试溶液制备** 供试品溶液:精密称定样品 1g,置索氏提取器中加甲醇 50ml,回流提取 2h,将回流液置 50ml 量瓶中加甲醇至刻度。精密吸取 1ml 置 5ml 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,放置过夜,用 0.45mm 微孔滤过滤,即得。

对照品溶液:精密称取黄芩甙对照品,加甲醇制成 0.045mg/ml 的溶液,即得。

阴性对照溶液:精密称取缺黄芩阴性样品 5g,照供试品制备法制备,即得。

**3.3 干扰试验** 分别取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照液,注入高效液相色谱仪。结果供试品与对照品溶液均在相同保留时间内出现吸收峰,而阴性对照液无此吸收峰出现。结果见图 4。

**3.4 线性关系考察** 精密吸取黄芩甙对照品溶液 3.69、12 和 15 $\mu$ l,按上述色谱条件进行测定,结果表明进样量在 0.135~0.675 $\mu$ g 线性关系良好。回归方程  $Y=0.160+37.623x$ ,  $r=0.9993$  ( $n=6$ )。

**3.5 精密度试验** 对同一份供试品溶液进行重复进样测定,结果  $RSD=0.65\%$  ( $n=6$ )。

**3.6 重现性试验** 对同一批样品,按照含量测定项下方法,取 6 份制得供试品溶液,进行含量测定,结果  $RSD=1.3\%$  ( $n=6$ )。

**3.7 稳定性试验** 取供试品溶液在 5h 内每隔 1h 测定 1 次,结果表明供试品溶液在 5h 内稳定。 $RSD=0.70\%$ 。

**3.8 加样回收试验** 精密称定已知含量的样品 1g,加入精密称定的黄芩甙对照品,按含量测定项下方法制样测定,计算回收率,结果见附表。

**3.9 样品含量测定** 按含量测定方法制得供试品溶液和对照品溶液,各精密吸取 5 $\mu$ l,注入高效液相色谱仪,测定峰面积积分值计算含量,结果 3 批样品黄芩甙含量为:11.93mg/g, 11.50mg/g, 11.88mg/g。

### 4 讨论

**4.1 采用薄层层析法对甘桑止咳颗粒剂中的 3 味**

附表 加样回收试验

样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	$\bar{x}$ (%)	RSD (%)
11.93	10.26	22.59	103.90		
11.93	11.62	23.17	96.73		
11.93	13.00	25.28	102.69	99.60	3.07
11.93	11.08	22.86	98.65		
11.93	12.28	23.79	96.58		
11.93	12.85	24.66	99.06		

中药进行定性鉴别,其中在对甘草中的甘草次酸进行鉴别时,必须注意将显色剂喷洒均匀,才能显示良好的显色效果。虎杖中大黄素的鉴别,文献<sup>[2]</sup>方法多用盐酸水解,乙醚提取,以苯-醋酸乙酯-甲醇-甲酸-水的上层溶液为展开剂,测定结合蒽酯。虎杖中含有游离蒽醌,可以不必水解,用乙醚直接提取,展开剂改为苯-醋酸乙酯-甲醇即可检出。此法操作简便,斑点清晰。

**4.2 本研究中薄层鉴别和含量测定试验均与阴性对照品做了比较,结果显示无干扰。本实验方法操作简单,分离效果满意,专一性强,稳定性和重现性良好,为质量控制提供了较好的方法。**

#### 参考文献:

[1] 中华人民共和国药典[M]. 广州:广东科学技术出版社, 1995. 467, 256, 270.  
 [2] 吕武清,龙新华. 中成药中的药材薄层色谱鉴别[M]. 北京:人民卫生出版社, 1997. 48.