

# 荆银颗粒质量标准的实验研究

刘 力, 徐德生, 谢琦琦, 李世芳(上海中医药大学曙光医院中药研究室, 上海 200021)

**摘要:** 建立了荆银颗粒中荆芥、大青叶、四季青和牛蒡子的薄层鉴别条件, 并用高效液相色谱法测定方中原儿茶醛的含量。回收率为 97.51%, *RSD* 为 2.83%。

**关键词:** 荆银颗粒; 原儿茶醛; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(1999)06-0012-03

## **Experimental Studies on Quality Analysis of Jingyin Granule**

*LIU Li, XU De-sheng, XIE Qi-qi, LI Shi-fang*

*(Shuguang Hospital attached to Shanghai University of TCM, Shanghai 200021)*

**Abstract:** Herba schizonepetae, folium isatidis, folium ilicis and fructus arctii in *Jingyin* granule were qualitatively identified by TLC methods, and protocatechuic aldehyde was ana-

lyzed quantitatively by HPLC methods. The recovery and relative standard deviation of protocatechuic aldehyde were 97.51% and 2.83% respectively.

**Key words:** Jingyin granule; protocatechuic aldehyde; HPLC

荆银颗粒是由本院治疗风热感冒等上呼吸道感染荆银合剂经剂型改革制得的中药制剂。经现代药理学研究证实,荆银颗粒在体外对RSV等5种RNA病毒以及ADV<sub>3</sub>等DNA病毒所致细胞病变有不同程度的抑制作用;在体内能显著抑制小鼠肺内流感病毒的增殖,并能显著减轻感染小鼠的肺指数。研究提示,该制剂有良好的抗病毒作用,这与临床疗效相一致,具有开发成新药的价值,因此对荆银颗粒质量标准进行了研究。对方中荆芥、大青叶、四季青、牛蒡子等进行薄层定性鉴别,并建立用高效液相色谱法测定原儿茶醛含量的定量方法。

## 1 仪器、试药和试剂

**1.1 仪器** 岛津LC-5A液相色谱仪,SPD-2AM紫外检测器,C-RIB数据处理机;pHS-3C型酸度计(上海雷磁仪器厂);CQ250超声波清洗器(上海必能信超声有限公司)。

**1.2 试药与试剂** 荆银颗粒及各空白颗粒(本室提供)。靛玉红、原儿茶醛、原儿茶酸、牛蒡子甙对照品,荆芥对照药材(中国药品生物制品检定所)。甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯。硅胶G(青岛海洋化工集团公司)、硅胶H(E-Merck),加CMC-Na铺成0.25mm厚的薄层板。

## 2 方法

### 2.1 薄层鉴别

**2.1.1 荆芥** 取荆银颗粒细粉15g,置索氏提取器中,加氯仿适量加热回流提取4h,提取液回收氯仿至干,残渣加氯仿1ml使溶解,作为供试品溶液。同法制得缺荆芥的空白对照液。另取荆芥对照药材2g,加氯仿适量,置水浴上加热回流1h,滤过,滤液蒸干,残渣加氯仿1ml使溶解,作为对照药材溶液。吸取上述3种溶液各16 $\mu$ l,分别点于同一硅胶

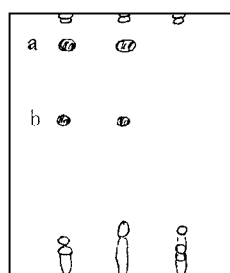


图1 荆银颗粒中荆芥的TLC图

1. 供试品
  2. 对照药材
  3. 空白对照
- a. 紫色  
b. 粉红色

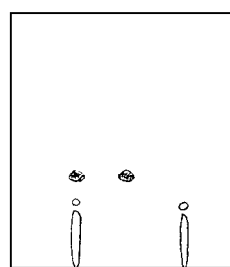


图2 荆银颗粒中大青叶的TLC图

1. 供试品
2. 靛玉红对照品
3. 空白对照

H薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯(17:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛的5%硫酸乙醇液,于105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色。供试品色谱中,在与对照药材谱相应的位置上,显相同的紫色和粉红色斑点,空白无干扰(图1)。

**2.1.2 大青叶** 取2.1.1项下供试液作为供试液。同法制得缺大青叶的空白对照液。另取靛玉红对照品,加氯仿制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。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,以苯-氯仿-丙酮(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同的紫红色斑点,而空白对照品在相应位置上无斑点(图2)。

**2.1.3 四季青** 取荆银颗粒细粉10g,加0.1mol/L盐酸40ml,超声处理30min,滤过,滤液用乙醚提取3次,每次20ml。合并醚液,蒸干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试液。同法制得缺四季青的空白对照液。另取原儿茶醛、原儿茶酸对照品,加无水乙醇制成每1ml中各含2mg和0.5mg的溶液作为对照品溶液。吸取上述3种溶液各4 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-丙酮-甲酸(8:1:1)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以3%三氯化

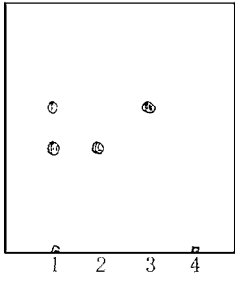


图3 荆银颗粒中四季青的TLC图  
1. 供试品  
2. 原儿茶酸对照品  
3. 原儿茶醛对照品  
4. 空白对照

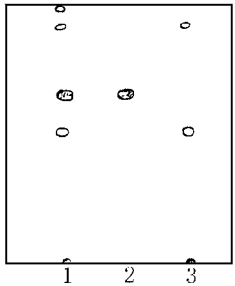


图4 荆银颗粒中牛蒡子的TLC图  
1. 供试品  
2. 牛蒡子甙对照品  
3. 空白对照

铁乙醇液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,分别显相同的污绿色斑点,空白无干扰(图3)。

**2.1.4 牛蒡子** 取荆银颗粒10g研细,加乙醇40ml,置水浴上加热回流1h.滤过.滤液作为供试品溶液。同法制得缺牛蒡子的空白对照液。另取牛蒡子甙对照品,加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。吸取上述3种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-水(40:10:1)为展开剂.展开.取出.晾干,喷以10%硫酸溶液,在105℃烘至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同紫褐色斑点,而空白对照品无此斑点(图4)。

**2.2 定量测定**

**2.2.1 液相色谱条件** 色谱柱为YWG-C<sub>18</sub>(4.6mm×250mm)。流动相为甲醇-水

(15:85),用冰醋酸调至pH2.5。<sup>[1]</sup>流速1ml/min。检测波长为280nm。量程为0.08Aufs。在上述色谱条件下,原儿茶醛能与供试品中其它成分分离。空白对照试验表明,方中其它成分对原儿茶醛的测定无干扰(图5)。

**2.2.2 供试品溶液的制备** 取荆银颗粒细粉10g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入0.1mol/L盐酸25ml,超声处理60min,加入乙醇100ml,放置过夜。滤过,精密吸取滤液25ml,挥去乙醇后用乙醚提取5次,合并醚液,蒸干,残渣加无水乙醇溶解并定容至5ml,摇匀,作为供试品溶液。

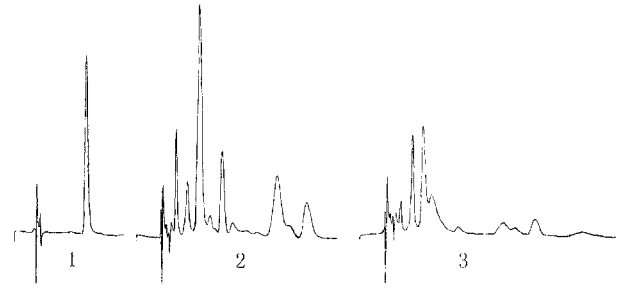


图5 荆银颗粒中四季青叶的HPLC图谱  
1. 原儿茶醛 2. 供试品 3. 空白对照

**2.2.3 标准曲线的绘制** 精密吸取原儿茶醛对照品溶液(0.1mg/ml)1、3、5、7、9、10μl进样测定。原儿茶醛在0.1~1.0μg范围内面积积分值与进样量呈线性关系。回归方程为Y=34439.28x-377,r=0.9996。

**2.2.4 精密度试验** 精密吸取上述对照品溶液,重复进样5次,原儿茶醛峰面积的相对偏差为1.19%。

**2.2.5 样品含量测定** 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液5μl,注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,结果见表1。

表1 样品测定结果

批号	原儿茶醛含量 mg/g(n=3)	RSD%
960522	0.197	2.47
961016	0.272	2.56
961126	0.168	2.94

**2.2.6 回收率试验** 精密称取已知含量的本品5份,分别添加一定量的原儿茶醛对照品,依法制备和测定。计算平均回收率为97.51%,RSD为2.83%。结果见表2。

表2 回收率测定结果

样品中原儿茶醛量(mg)	添加原儿茶醛的量(mg)	测出原儿茶醛的量(mg)	回收率%(n=3)	
1	0.953	1.01	1.908	94.55
2	0.968	0.92	1.868	97.83
3	0.936	1.00	1.921	98.50
4	0.916	0.91	1.830	101.44
5	0.909	0.80	1.671	95.25

**3 讨论**

**3.1 荆银颗粒**由9味中药组成,成分相当复杂。在测定中干扰组分多,给质量标准制订带

来很多困难。实验曾拟同时测定原儿茶醛和原儿茶酸的含量,但因制剂中其它成分对后者的干扰,故实验选用原儿茶醛为指标性成分。经方法学考察,确认本法可行。

**3.2** 曾对供试品提取方法进行了考察。方中四季青为四季青叶<sup>[2]</sup>,在对其含测中,选择供试品加 0.1mol/L 盐酸超声处理,再用乙醚提取以及以 0.1mol/L 盐酸超声、醇沉,再用乙醚提取进行比较,以后者提取完全且杂质少,并对超声处理 20~ 80min 的结果进行了

比较,超声处理 1h,提取完全。

#### 参考文献:

- [1] 林春华,朱品业,胡家焯,等. 高效液相色谱法测定壮腰健肾丸原儿茶酸含量[J]. 中国中药杂志, 1996, 21(5): 288
- [2] 上海市中药材标准编写组. 上海市中药材标准[M]. 1994. 82

(收稿日期: 1998-11-05)