

抗病毒口服液的含量测定

胡 斯 刘兆康 王申东(上海 200040 上海市儿童医院)

抗病毒口服液为我院经验配方,具有祛风解表、清热解毒功能。用于外感发热、流感、上呼吸道感染、扁桃体炎、腮腺炎等。其中主要成分为黄芩、板兰根、羌活、鸭跖草等药物。本文采用薄层扫描法对黄芩甙进

行含量测定。

1 仪器与试药

CAMAG SCANNER 3 型薄层扫描仪、半自动点样仪(CAMAG)及 100 μ l 微量注射器(HAMILTON);试剂均为

分析纯;黄芩甙对照品(中国药品生物制品检定所:批号 715-9003);供试品(上海市儿童医院)

2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备:精密量取本品 5ml,置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,置热水中充分振摇,放冷至室温,加甲醇稀释至刻度,摇匀,放置,取上清液作为供试品溶液。

2.2 对照品溶液的制备:取黄芩甙对照品,加甲醇制成每毫升含 0.3mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 薄层层析及扫描条件:吸取对照品溶液,供试品溶液各 2 μ l,分别点于同一聚酰胺薄膜(10 \times 10cm)上,以醋酸为展开剂,展开、取出、晾干,照薄层扫描法进行扫描测定,波长 λ_s 为 275nm,测量供试品斑点面积积分值与对照品斑点面积积分值计算即得。

3 供试品含量测定

测定 5 批供试品中黄芩甙的含量(mg/ml)分别为 1.14, 1.17, 1.33, 1.11 和 1.12。*RSD* 分别为 3.2%, 2.0%, 3.9%, 2.2% 和 4.8%。

4 方法学的考察

4.1 线性关系的考察:取黄芩甙对照品(0.155mg/ml)甲醇液各 1, 2, 3, 4 和 5 μ l,点于聚酰胺薄膜上,按上述条件展开、取出、晾干、扫描,以峰面积为纵坐标,点样量为横坐标,绘制标准曲线,测得回归方程为: $Y = 1226.6X + 18595.8$, $r = 0.9958$ 。

黄芩甙在 0.155~0.775 μ g 之间呈线性关系。

4.2 回收率试验:精密量取未加黄芩空白供试品 5ml,准确加入一定量的黄芩甙对照品,按定量测定方法操作,结果见表 1。

4.3 空白试验:取不含黄芩的“抗病毒口服液”样品,同供试品溶液制备方法,制成空白的样品溶液,依法测定,结果空白样品在黄芩甙对照品色谱相应的位置上无色谱斑点出现,说明本方法的处方中其它成分对黄

表 1 黄芩甙回收率

| | 加入黄芩甙对照品量(mg) | 测得黄芩甙量(mg/ml) | 回收率(%) | \bar{x} (%) | <i>RSD</i> (%) |
|---|---------------|---------------|--------|---------------|----------------|
| 1 | 4.5 | 383.375 | 106.49 | | |
| 2 | 4.3 | 354.88 | 103.16 | | |
| 3 | 5.5 | 431.36 | 98.03 | 102.38 | 4.2 |
| 4 | 6.0 | 422.11 | 97.70 | | |
| 5 | 4.0 | 340.86 | 106.51 | | |

芩甙测定无干扰。

4.4 稳定性试验:按含量测定方法中的供试品溶液和对照品溶液方法测定,对批号 970401 样品间隔 2 月测定,结果表明黄芩甙在 3 月内含量稳定,*RSD* 为 3.3% ($n = 4$)。

4.5 重现性试验:按供试品测定方法,对同一批号样品连续测定 5 次,结果平均为 1.428mg/ml, *RSD* 为 3.5%。

4.6 精密度试验:取黄芩甙对照品,加甲醇制成每毫升含 0.3mg 的溶液,点样量 2 μ l 测定结果表明 No 1 ($n = 6$) 为 9676.4, 8975.9, 9788.3, 9214.8, 8877.0, 8909.7, 9240.35, *RSD* 为 4.3。No 2 ($n = 5$) 峰面积为 10530, 10308.4, 10447.4, 10089.1, 10830.8, 10441.14, *RSD* 为 2.6%。

5 讨论

5.1 本文采用薄层扫描法对抗病毒口服液中黄芩甙所含黄芩甙成分含量测定。从而对制剂进行质量控制。通过对黄芩甙线性关系考察,测得黄芩甙的量在 0.155~0.775 μ g 间呈线性关系。加样回收率试验结果得到平均回收率为 102.38%, *RSD* 为 4.2%, 重现性试验结果浓度为 1.428mg/ml, *RSD* = 3.5% ($n = 5$), 精密度试验, *RSD* = 4.3% ($n = 6$), *RSD* = 2.6% ($n = 5$)。

5.2 本次试验仅以黄芩甙含量为指标,至于对抗病毒口服液所含的其它成分,有待进一步研究。