

利咽宁合剂的制备及质量控制

王洪锐 (广东省深圳市石岩人民医院, 广东 深圳 518108)

摘要:目的 制备利咽宁合剂并对其进行质量控制。方法 运用薄层色谱法鉴别连翘,采用高效液相色谱法进行连翘苷的含量控制。结果 在 $0.1 \sim 0.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 浓度范围内连翘苷呈良好的线性关系,回归方程 $C = 7.36 \times 10^{-8} A + 5.02 \times 10^{-3}$, $r = 0.9998$,平均回收率为 99.12% ($n = 5$), $\text{RSD} = 1.05\%$ 。结论 本制备工艺简便可行,含量测定快速准确,可用于本制剂的质量控制。

关键词:利咽宁合剂;连翘苷;薄层色谱法;高效液相色谱法

中图分类号: R289 **文献标识码:** B **文章编号:** 1007-7693(2007)07-0618-02

利咽宁合剂为临床协定处方,具有清热解毒、生津利咽之功效,主要用于急性咽炎、急性扁桃体炎及上呼吸道感染等。

1 仪器与试剂

岛津 LC-10AD 高效液相色谱仪,岛津 SPD-10AV 紫外可见检测器,CTO-10A 柱温箱,C-R6A 数据处理机;溶媒萃取仪;连翘苷标准品;试剂均为分析纯。

2 处方与制备

2.1 处方

连翘 1 800 g,鱼腥草 6 200 g,紫苏叶 1 800 g,芦根 1 800 g,桑叶 3 100 g,黄芩 1 800 g,甘草 920 g,防腐剂适量,共制成 10 000 mL。

2.2 制备

取含有挥发性成分的饮片,用水适量浸泡,充分湿润后,加水过药面,煮沸后保持微沸约 15 min,滤过,滤液另器保存,取其他饮片,加水浸泡,充分湿润后,与上述药渣合并,加水过药面 2~4 cm,煎煮 2 次,第 1 次保持微沸 1~2 h,第 2

次 0.5~1 h,时加搅拌,以煮透为度。用 100 目筛滤过,合并两次滤液,放置沉淀 12 h 以上,取上清液浓缩至适量,加入上述另煎保存的滤液,趁热加入防腐剂,搅匀,使成全量,分装,即得。

3 质量控制

3.1 性状

本品为棕褐色液体,味苦而甜。

3.2 鉴别

取本品 1 mL,加甲醇 5 mL,振摇使溶解,静置,取上清液,作为供试品溶液。另取连翘对照药材 0.5 g,加甲醇 10 mL,置水浴上加热回流 20 min,滤过,滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法^[1]试验,吸取上述两种溶液各 5 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,以氯仿-甲醇(5:1)为展开剂,展开;取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105℃ 加热数分钟。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

3.3 检查

作者简介:王洪锐,男,副主任药师 Tel: 13556887728

应符合合剂项下有关的各项规定^[2]。

3.4 含量测定

本合剂的连翘中所含的有效成分连翘苷,在高效液相色谱柱分离中很容易和连翘中乃至样品中所含其他成分分开,其化学性质稳定,在 277 nm 紫外区有最大吸收^[3],重复性较好。因此,我们选择了连翘苷作为指标成分,应用高效液相色谱法进行含量测定,从而有效控制利咽宁合剂的内在质量。

3.4.1 高效液相色谱条件 色谱柱:CAPCELL PAK C₁₈ (4.6 mm × 25 cm, 10 μm),流动相:氯仿-甲醇(6:1),检测波长:277 nm,流速:1 mL·min⁻¹,柱温:30℃,灵敏度:0.02,进样:20 μL。

3.4.2 标准曲线的绘制 精密吸取连翘苷对照品 10 mg 置于 10 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度制成 1 g·L⁻¹的连翘苷对照品溶液。精密吸取 1 g·L⁻¹分别稀释配成 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 1 g·L⁻¹的连翘苷对照品溶液,分别进样 20 μL,每个浓度重复 6 次,测定每个浓度的平均色谱峰面积积分值(A)与连翘苷浓度(C)之间的回归方程为 $C = 7.36 \times 10^{-8} + 5.02 \times 10^{-3} A$, $r = 0.9998$ 。线性回归曲线说明在 0.1 ~ 0.5 g·L⁻¹浓度范围内连翘苷浓度与色谱峰面积积分值呈良好的线性关系。

3.4.3 供试品溶液的制备 精密量取利咽宁合剂 20 mL,离

心过滤,置于 50 mL 圆底烧瓶中,加入氯仿分 3 次水浴回流萃取,每次萃取 20 min 左右。合并 3 次氯仿液,水浴蒸干,用甲醇转移至带塞刻度试管中,蒸干甲醇,精密取 1 mL 甲醇溶解残渣,即得供试品溶液。

3.4.5 回收率实验 精密吸取已知含量的供试品样品 2 mL,分别精密加入 0.1 g·L⁻¹的连翘苷标准品溶液 1 mL,摇匀后按含量测定方法测定其中连翘苷的含量,结果平均回收率为 99.12%, RSD = 1.05% (n = 5)。

3.4.6 样品测定结果 按上述方法,测定 3 批样品连翘苷的含量分别为 6.210 3, 6.137 6, 6.220 1 g·L⁻¹。

4 讨论

采用本法测定利咽宁合剂中连翘苷的含量,方法稳定可靠,重复性好,可作为控制本制剂质量的有效方法。

参考文献

- [1] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005年版·一部)[S]. 2005:附录 48.
- [2] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005年版·一部)[S]. 2005:附录 54.
- [3] 张国刚,徐绥绪. 高效液相色谱法测定抗病毒口服液连翘苷的含量[J]. 中草药, 1998, 29(3): 162.

收稿日期: 2007-06-15