

一日清口服液质量标准的研究

段晓颖 任 利¹ 张五洲¹ (郑州 450000 河南中医学院第一附属医院中心实验室 ;¹ 河南中医学院)

摘要 目的 : 制订一日清口服液质量标准。方法 : 采用薄层色谱法对制剂中的金银花、连翘、栀子进行定性鉴定 ; 采用高效液相色谱法对制剂中的黄芩苷进行定量。结果 : 定性鉴别能从样品中检出相应的斑点 , 含量测定黄芩苷进样量在 0.143 ~ 0.683 μg 与峰面积有良好的线性关系 , 回收率为 99.51 %。结论 : 方法简便、灵敏、可靠、具有实用性。

关键词 一日清口服液 ; 金银花 ; 连翘 ; 黄芩苷 ; 高效液相色谱法

Study on quality standards of Yiriqing oral liquid

Duan Xiaoying (Duan XY) , Ren Li (Ren L) , Zhang Wuzhou (Zhang WZ) (*The First affiliated Hospital Henan College of TCM, Zhengzhou 450000*)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish Quality standards of Yiriqing oral liquid. **METHOD:** To determine the quality of Flos Lonicerae, Fructus Forsythiae and Fructus Gardeniae by TLC, to determine the content of Baicalin by HPLC. **RESULTS:** The spots can be determined, the quantity of Baicalin have good linear relationship with area in 0.12 ~ 0.06 μg , the recovery is 99.51 % . **CONCLUSION:** The methods are stable and reliable which can be used for the quality control of Yiriqing oral Liquid.

KEY WORDS Yiriqing oral liquid, Flos Lonicerae, Fructus Forsythiae, baicalin, HPLC

一日清口服液由黄芩、金银花、连翘、栀子、野菊花 等组成,具有辛凉透表、清热解毒之功效,主治感冒风

热引起的发热、头痛、咽部红肿疼痛。黄芩苷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黄芩苷的含量,并用薄层色谱法对金银花、连翘、栀子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。黄芩苷、绿原酸、栀子苷、连翘对照药材(中国药品生物制品检定所,其中黄芩苷为含量测定用)。一日清口服液(河南中医学院第一附属医院制剂室)。金银花 *Flos Lonicerae*、黄芩 *Radix Scutellariae*、连翘 *Fructus Forsythiae*、栀子 *Fructus Gardeniae*、野菊花 *Flos Chrysanthemi Indici* 均为河南中医学院第一附属医院中药研究室陈天朝副主任药师鉴定。

2 定性鉴别

2.1 金银花

取本品 10 ml,用水饱和正丁醇 30 ml 分 5 次萃取,弃去萃取液,水溶液置水浴上蒸干,加甲醇 2 ml 溶解,作为供试品溶液。另取绿原酸对照品,加甲醇 1 ml,制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液,照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版附录 VIB)试验。吸取上述供试品溶液 2 μ l,对照品溶液 1 μ l,分别点于同一以 5% 醋酸钠制备的以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 薄层板上,以醋酸丁酯-甲酸-水(5:3:4)上层为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1% 亚硝酸钠乙醇溶液,在日光下检视,供试品色谱中在对照品色谱相应位置上,显相同颜色的斑点,结果见图 1。

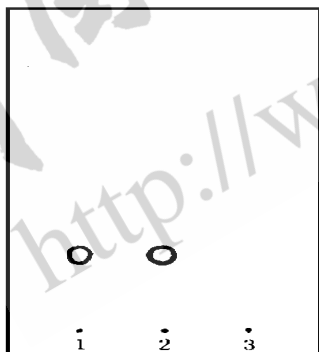


图 1 金银花 TLC 图

1 - 供试品;2 - 绿原酸;3 - 阴性对照

2.2 连翘

取本品 10 ml,用乙醚 10 ml 分 2 次萃取,弃去,再用醋酸乙酯 15 ml 分 3 次萃取,合并萃取液,挥干,残渣用甲醇 2 ml 溶解,作为供试品溶液。另取连翘对照药材 1 g,加水 40 ml 置水浴中浸渍 1 h,滤过,滤液蒸干,残渣

加甲醇 2 ml 溶解,作为对照药材溶液,照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版附录 VIB)试验,吸取上述 2 种溶液各 2 μ 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,以氯仿-甲醇(15:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以醋酐-硫酸(15:1)溶液,热风吹至斑点显色,放置 10 min,置紫外灯(365 nm)下检视,供试品色谱中与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,结果见图 2。

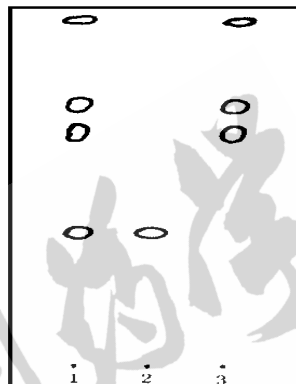


图 2 连翘 TLC 图

1 - 供试品;2 - 对照药材;3 - 阴性对照

2.3 栀子

取本品 10 ml,置水浴上蒸干,残渣用 5 ml 甲醇溶解,滤过,作为供试品溶液。另取栀子苷对照品,加甲醇制成每 1 ml 含 1 mg 的溶液作为对照品溶液,按照薄层色谱法(《中国药典》1995 年版一部 VIB)试验。取上述 2 种溶液各 1 μ 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,以氯仿-甲醇-氨水(4:2:0.3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇液,热风吹至斑点显色。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,结果见图 3。

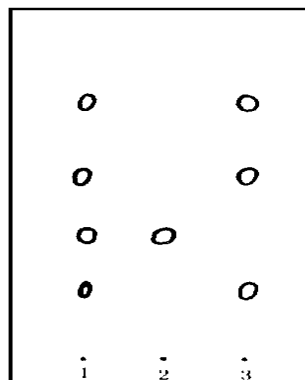


图 3 栀子 TLC 图

1 - 供试品;2 - 栀子苷;3 - 阴性对照

3 含量测定

3.1 色谱条件与系统适用性试验

C₁₈-ODS 柱(5 × 250nm), 流动相为甲醇-水-磷酸(120:100:0.6), 检测波长 270nm, 柱温:室温;流速 1 ml/min;理论板数按黄芩苷峰计算, 不低于 2000。

3.2 供试溶液制备

供试品溶液:精密吸取本品 1 ml, 置 100 ml 量瓶中, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 静置过夜, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

对照品溶液:精密称取黄芩苷对照品, 加甲醇制成 0.06 mg/ml 的溶液, 即得。

阴性对照溶液:精密吸取缺黄芩苷阴性口服液 1 ml, 照上法制备, 即得。

3.3 干扰试验

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, 而阴性对照液在此无吸收峰出现, 结果见图 4。



图 4 高效液相色谱图

1 - 供试品; 2 - 黄芩苷; 3 - 阴性对照

3.4 线性关系考察

精密吸取黄芩苷对照品溶液 2, 4, 6, 8 和 10 μl, 按上述色谱条件进行测定, 结果表明进样量在 0.12 ~ 0.60 μg 线性关系良好。回归方程 $Y = 0.165 + 35.522x$, $r = 0.9995$ ($n = 5$)。

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 $RSD = 0.55\%$ ($n = 5$)。

3.6 重现性试验

对同一批样品, 按照含量测定项下方法, 取 5 份样品制得供试品溶液, 进行含量测定, 结果 $RSD = 2.8\%$ ($n = 5$)。

3.7 加样回收试验

精密吸取已知含量的样品溶液 1 ml, 置 100 ml 量瓶中, 加水 2 ml, 加入一定量的黄芩苷对照品, 加甲醇适量使充分溶解, 加甲醇定容至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液, 按照含量测定项下方法测定, 结果见表 1。

表 1 加样回收试验

加入量/mg	测得总量/mg	回收率/%	加样回收率/%	RSD/%
5.10	9.15	98.78		
5.65	9.74	99.76		
6.20	10.45	103.65	99.51	2.66
5.43	9.38	96.34		
6.14	10.20	99.02		

3.8 样品含量测定

精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 μl, 注入高效液相色谱仪, 测定峰面积积分值, 按外标法计算含量, 结果见表 2。

表 2 样品黄芩苷含量

批号	\bar{x} mg·ml ⁻¹	RSD/%
960818	4.35	3.26
960912	4.64	3.55
960922	4.43	3.41

4 讨论

金银花的薄层色谱中, 绿原酸斑点受其它成分干扰较大, 选用水饱和正丁醇萃取 5 次, 弃去萃取液, 水溶液制样, 即可除去干扰成分, 纯化后供试品色谱中显示一个绿原酸斑点, 而阴性对照液无斑点。

栀子苷的薄层色谱, 选用氯仿-甲醇为展开剂阴性有干扰, 将展开剂加入氨水即可排除。

采用薄层色谱法对一日清口服液中 3 味药进行定性鉴别, 采用高效液相色谱法对黄芩苷进行定量, 分离效果好, 专一性强, 稳定性和重现性良好, 为质量控制提供了可靠的方法。

参考文献

- 1 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究. 第 1 版. 北京: 中医药科技出版社, 1994: 260.
- 2 中国药典. 一部. 1995: 147, 518, 604.

收稿日期: 1998-12-16