

复方岩连片质量标准的研究

★ 邱思婕 (广东永正药业有限公司 广州 510600)

摘要:目的:建立复方岩连片的质量标准。方法:采用薄层色谱法及化学反应方法对该产品进行定性鉴别,并采用高效液相色谱法进行含量测定。结果:鉴别项下阴性对照无干扰,重现性好;含量测定阴性无干扰,线性关系、精密度、稳定性及重现性好,回收率高。结论:本方法简便可行,重复性好,分离度好,可用于复方岩连片质量控制。

关键词:复方岩连片;薄层色谱法;高效液相色谱法

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**B

复方岩连片是一种临床上用于治疗上呼吸道感染引起的感冒咳嗽、急慢性支气管炎、咽喉炎、扁桃体炎等的复方制剂。由石吊兰、重楼、板蓝根、百部、杠板归 5 味中药组成,具有清热解毒、化痰止咳的功效。笔者采用化学反应对百部进行鉴别,采用薄层色谱法对重楼皂苷 I、重楼皂苷 II 进行鉴别,选择处方中石吊兰的主要有效成分石吊兰素为指标,采用高效液相色谱法对其进行定量测定。

1 仪器与试剂

仪器:BS124S 分析天平,戴安 SUMMIT 液相色谱仪,TU-1901 双光束紫外可见分光光度计,CAMAG 薄层铺板器。

试剂:甲醇(色谱纯)、重蒸水(自制),其它均为分析纯。重楼皂苷 I 对照品(111590-200402)、重楼皂苷 II 对照品(111591-200402)、石吊兰素(111555-200101)均由中国药品生物制品检定所提供。

2 薄层鉴别

2.1 百部鉴别 取本品 5 片,除去糖衣,研碎,加 70%乙醇 50 mL,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸去乙醇,残渣加浓氨试液调节 pH 值至 11,再加氯仿 5 mL 振摇提取,分取氯仿层,蒸干,残渣加 1%盐酸溶液 5 mL 使溶解,滤过。滤液分成两份:一份中滴加碘化铋钾试液,生成橙红色沉淀;另一份中滴加硅钨酸试液,生成乳白色沉淀。另取处方中除百部以外的药材,按样品制备方法制成阴性样品,按上述鉴别方法操作,结果呈阴性,表明阴性对照无干扰。

2.2 重楼皂苷 I、重楼皂苷 II 鉴别 取本品 5 片,除去糖衣,研碎,加乙醇 10 mL,加热回流 30 分钟,滤过,作为供试品溶液。再取重楼皂苷 I 对照品和重楼皂苷 II 对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.4 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述三种溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(15:6:1)的下层溶液为展开剂,展开,

取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰,置日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。另取处方中除重楼以外的药材,按样品制备方法制成阴性样品,按上述鉴别方法操作,结果阴性色谱中,在与对照品色谱相应的位置上无斑点,表明阴性对照无干扰。

3 含量测定

3.1 色谱条件 色谱柱:Dimensions C₁₈ (250 mm $\times$ 4.6 mm)。柱温:30 $^{\circ}$ C。流动相:甲醇-水(75:25,含 1%的冰醋酸)。检测波长:330 nm。流速:1.0 mL/min。理论塔板数按石吊兰素峰计算应不低于 3 000。

3.2 样品溶液的制备 (1)对照品溶液:精密称取石吊兰素对照品,加甲醇制成每 1 mL 约含石吊兰素 20 μ g 的溶液,摇匀,即得;(2)供试品溶液:取本品 10 片,研细,称取约 0.8 g,精密称定,精密加入甲醇 20 mL,回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加少量甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,取续滤液,即得。(3)阴性样品溶液:取处方中除石吊兰以外的药材,按样品制备方法制成阴性样品,并按供试品制备方法制成阴性样品溶液。

3.3 测定方法 分别精密吸取阴性样品溶液、对照品溶液、供试品溶液各 20 μ L,注入液相色谱仪,记录色谱图。由色谱图可知,在对照品色谱相应的位置上,供试品溶液具有相同保留时间的色谱峰,阴性样品在此峰位无吸收,对本品中石吊兰素含量测定无干扰,因此方法专属性良好。

3.4 线性范围考察 分别精密吸取 3.2 项下对照品溶液 10、15、20、25、30 μ L 进样,测定石吊兰素的峰面积值,以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,经计算得回归方程:Y = 76.731X -

0.293 2, $r=0.999\ 9$ 结果表明:石吊兰素在 0.20 mg~0.60 mg 范围内,线性关系良好。

3.5 稳定性考察 精密吸取 3.2 项下供试品溶液 20 μ L,分别于 0、3、6、9、12 小时进样,测定峰面积,峰面积分别为:2 676.12、2 650.75、2 622.77、2 601.90、2 618.98, $RSD=1.11\%$ 。结果表明在 12 小时内样品溶液基本稳定,稳定性良好。

3.6 精密度考察 精密吸取 3.2 项下对照品溶液 20 μ L,重复进样 6 次,测定峰面积,峰面积分别为:2 689.01、2 681.12、2 649.45、2 681.92、2 661.54、2 677.62, $RSD=0.57\%$ 。结果说明进样精密度良好。

3.7 重复性考察 取同一批样品 6 份,照 3.2 项下方法操作,测得石吊兰素含量,含量分别为:0.085 7、0.086 9、0.085 1、0.085 6、0.084 2、0.085 9 mg/g, $RSD=1.04\%$ 。结果说明进样重现性良好。

3.8 回收率考察 采用加样回收法,取已知含量的样品(0.22 mg/g)精密称取本品细粉 0.4 g,分别精密加入石吊兰素对照品溶液(0.10 mg/mL)1 mL,按含量测定方法进行测定,计算回收率。得回收率结果见表 1:

表 1 回收率考察结果

序号	称样量/g	样品中含量/mg	加入石吊兰素量/mg	实测石吊兰素量/mg	回收率(%)
1	0.4082	0.0898	0.10	0.1881	98.1
2	0.4021	0.0885	0.10	0.1866	97.9
3	0.4050	0.0891	0.10	0.1901	101.1
4	0.4071	0.0896	0.10	0.1883	98.6
5	0.4010	0.0882	0.10	0.1879	99.6
6	0.4020	0.0884	0.10	0.1886	100.2

测定方法表明,本方法平均回收率为 99.2%, $RSD=1.28\%$,符合有关规定。

3.9 样品含量测定 按 3.2、3.3 项下操作,测定 10 批样品中石吊兰素的含量,其结果为:0.076、0.086、0.074、0.073、0.075、0.071、0.078、0.072、0.090、0.088 mg/片。根据测定结果,将本品含量限度定为每片含石吊兰素不得少于 0.06 mg。

4 讨论

(1)对石吊兰素对照品溶液在 190~400 nm 波长范围内进行光谱扫描测定,结果最大吸收峰分别在 330 nm 和 284 nm 处,而在 284 nm 处阴性有干扰,故选择 330nm 作为石吊兰素的检测波长。

分别采用甲醇-水、乙腈-水,甲醇-水(含 1%的冰醋酸)作为流动相。结果表明,用甲醇-水(含 1%的冰醋酸)作流动相,分离效果及峰形较好。

(3)根据石吊兰素的理化性质,选择甲醇、乙醇、乙酸乙酯为溶媒,分别采用超声提取和回流提取。结果表明,以甲醇为溶媒,回流提取 1 小时效果较好。

参考文献

- [1] 中国人民共和国药典 2005 年版一部[S]. 北京:化学工业出版社, 2005. 88, 183
- [2] 中华人民共和国卫生部药品标准. 中药成方制剂第九册[S]. 北京:化学工业出版社, 1994. 132
- [3] 张贵宁, 刘淑英, 林开中. 高效液相色谱测定风寒感冒胶囊中石吊兰素含量的研究[J]. 贵阳中医学院学报, 2002, 24(3): 56~57

(收稿日期:2007-04-30)

新专栏征稿

《江西中医学院学报》(双月刊)已全面改版,以下重点栏目面向全国征稿:

●理论研究的中医重大理论问题进行专题论述。讨论专题有:中医水理论研究、火理论研究、体质学说研究、梦理论研究、病证理论研究。

●百家争鸣 旨在打破中医学术界的沉闷局面,对中医药事业发展的重大问题展开讨论争鸣。争鸣要求坚持良好的学术道德,敢说真话,敢亮观点。争鸣的主要内容有:中医教育反思、中医科研走向、中医发展前景、中西医结合前景、新时期中医的生存模式等。

●中医文化研究 主要反映中医与古代哲学、古代社会政治经济、人文地理等文化形态的研究成果以及五运六气研究、生命学说研究的最新动态。

●道教医学研究 包括道教医药文献研究、道教医药人物研究、道教医药史研究、道教医学理论研究、道教医学方药研究、道教医学养生研究等,要求观点正确,不违背国家宗教政策。

欢迎广大作者踊跃投稿。