

· 中药与天然药 ·

金银花露质量控制的研究

陈 勇 甄汉深 (广西中医学院药理学系, 南宁 530001)

班利苏 (金城江医药批发站, 河池 547000)

摘要 采用 TLC 法鉴别金银花露中绿原酸成分, 并采用薄层扫描法对其进行了含量测定, 以寻找一简便、准确可靠的方法控制本品的质量。

关键词 金银花露(广西方) 绿原酸 薄层扫描法

金银花露(广西方)是以金银花为原料经加工制成的一种糖浆制剂, 具有清热解毒之功效, 用于温病发热、风热感冒、咽喉肿痛、肺炎、疔疮脓肿及小儿胎毒等症。《广西药品标准》1984年版及1993年版均有收载, 但对本品的有效成分绿原酸含量未作测定要求。为有效控制本品质量, 保证药效, 本文对其有效成分绿原酸进行了定性和定量研究。

1 实验材料与仪器

金银花露(广西忻城县制药厂生产, 批号 920601、920603、920605、940605); 绿原酸对照品(中国药品生物制品检定所提供)。

CS-9000 双波长薄层扫描仪(日本岛津公司); 定容毛细管(USA. Drummand Scientific Co.)。

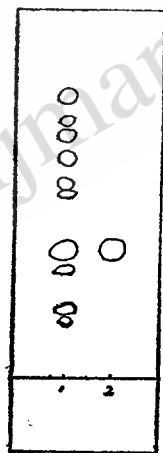
硅胶 G(青岛海洋化工厂); 其余所用试剂均为分析纯。

2 定性分析

2.1 供试品溶液的制备^[1]: 取本品 20 ml, 加水 20 ml, 摇匀, 加入乙酸乙酯—乙醇(4:1)混合液 25 ml, 振摇萃取, 分出乙酸乙酯层, 水浴上挥去溶剂, 残渣加无水乙醇溶解使成约 1 ml, 作为供试品溶液。

2.2 TLC 鉴别^[2]: 吸取供试品溶液 5 μ l, 绿原酸对照品溶液(1 mg/ml) 1 μ l, 分别点于同一块硅胶 G(0.7% CMC-Na)层析板上, 以醋酸丁酯—甲酸—水(7:2.5:2.5)上层溶液展开, 取出晾干, 在紫外灯下(365 nm)观察, 供试品色谱中, 在与绿原酸对

照品色谱相应位置上显一相同亮蓝色荧光斑点, 结果见图。



金银花露(广西方)绿原酸 TLC 色谱图

1. 供试品溶液
2. 绿原酸对照品溶液

3 含量测定

3.1 绿原酸标准曲线的制备: 精密称取绿原酸对照品 9.3 mg, 置 10 ml 容量瓶中, 加无水乙醇溶解并稀释至刻度, 制成浓度为 0.93 mg/ml 的对照品溶液。用定容毛细管分别吸取上述对照品溶液 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 μ l, 点于同一块硅胶 G(0.7% CMC-Na)层析板上, 以醋酸丁酯—甲酸—水(7:

2.5:2.5)上层溶液展开13 cm, 取出晾干, 置紫外灯下(365 nm)检视定位, 经光谱扫描确定 $\lambda_s = 325$ nm, $\lambda_R = 370$ nm, $SX = 3$, 反射式锯齿形扫描, 测定结果见表1

表1 绿原酸标准曲线方程

点样量(μ g)	0.930	1.395	1.860	2.325	2.790
峰面积值	39040	56081	71943	87911	106268
回归方程	$y = 37522x + 2047$		$r = 0.9991$		

实验结果表明, 绿原酸点样量在0.930~2.790

μ g之间呈良好线性, 供试品点样量在此线性范围内即可用本法进行含量测定。

3.2 样品的测定: 精密吸取本品30 ml, 用乙酸乙酯—乙醇(4:1)混合液萃取(5×20 ml), 合并萃取液, 回收溶剂, 浓缩液移至蒸发皿中水浴上挥干溶剂, 残渣加无水乙醇溶解并定容至5 ml容量瓶中, 作为供试品溶液。用定容毛细管吸取上述供试品溶液10 μ l, 绿原酸对照品溶液1 μ l和2 μ l, 分别点于同一块硅胶G(0.7% CMC-Na)层析板上, 按标准曲线制备项下条件测定, 并用外标二点法计算样品中绿原酸的含量, 结果见表2。

表2 样品中绿原酸含量测定结果

样品批号	绿 原 酸 含 量 (mg/ml)						$\bar{x}$	RSD(%)
920601	2.29	2.22	2.29	2.19	2.25	2.05	2.22	4.1
920603	2.48	3.32	2.48	2.26	2.28	2.27	2.33	4.5
920605	2.34	2.34	2.38	2.42	2.40	2.40	2.38	1.3
940605	11.12	11.38	11.82	11.89	11.75	11.63	11.60	2.5

3.3 稳定性试验: 按绿原酸标准曲线制备项下条件, 每隔30 min对同一薄层板上绿原酸斑点进行一每扫描, 结果表明: 绿原酸斑点面积值在2.5 h内相对稳定, 3 h后斑点面积值明显下降。

3.4 精密度试验: 用定容毛细管吸取绿原酸对照品溶液2 μ l, 点于不同硅胶G(0.7% CMC-Na)层析板上, 展开, 定位后扫描, 计算斑点峰面积值的RSD%, 结果见表3。

表3 精密度试验结果($n = 6$)

绿 原 酸 斑 点 峰 面 积 值 (A)						$\bar{A}$	RSD(%)
53821	53820	53796	53790	53815	53810	53808	0.3

3.5 回收率试验: 精密吸取一定量已知含量的供试液, 分别精密加入一定量的绿原酸对照品溶液, 余下按样品测定项下方法测定, 计算回收率, 结果平均回收率为100.9%($n = 5$), RSD为0.7%。

4 小结

4.1 在TLC鉴别中, 笔者曾按原药品标准方法, 采用乙醚—乙醇(4:1)混合液对样品、金银花对照药材分别进行提取, 并以乙酸乙酯—石油醚(30~60°C)为展开剂展开, 但鉴别效果不理想, 故采用本法进行。

4.2 金银花含绿原酸、异绿原酸、黄酮类和挥发油类等成分, 其中以绿原酸为主要有效成分。笔者曾采用紫外分光光度法对本品进行测定, 并与本法

进行对比, 结果表明前者方法虽简单、快速, 但由于共存成分未能分离而干扰严重, 使测定结果明显偏高。可认为该法测定的是样品中绿原酸类及黄酮类等成分的总量, 并不能代表绿原酸成分的真实含量, 而本法是经层离后将样品中绿原酸成分与其它共存成分很好分离再进行测定, 故测定结果更准确可靠。

参 考 文 献

- 1 广西壮族自治区卫生厅主编. 广西药品标准. 1993年版, 51.
- 2 中国药典(一部), 1990年版: 191.

收稿日期: 1996—07—01