

小儿清肺口服液的质量标准研究

孙立新 赵挺¹ (沈阳 110015 沈阳药科大学药学院; ¹ 沈阳 110015 辽宁省医药工业研究院)

摘要 目的:制订小儿清肺口服液质量标准。方法:采用 TLC 法对制剂中的百部、川贝母、冰片进行定性鉴别;采用高效液相色谱法对制剂中的黄芩苷进行含量测定。结果:定性鉴别能从样品中检出相应的斑点,含量测定黄芩苷的进样量在 0.5 - 2.5 μg 与峰面积有良好的线性关系,回收率为 99.4%。结论:方法简便、可靠,适用于该制剂的质量控制。

关键词 小儿清肺口服液;黄芩苷;高效液相色谱法;薄层鉴别

Study on quality standards of Xiao'erqingfei oral liquid

Sun Lixin, Zhao Ting (Department of Pharmacy, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110015)

ABSTRACT **OBJECTIVE:** To establish a quality standard of Xiao'erqingfei oral liquid. **METHOD:** The quality of radix stemonae, tendril-leaved fritillary Bulb and borneol were identified by TLC. The content of baicalin determined by HPLC. **RESULTS:** The spots can be determined, the quantity of baicalin have good linear relationship with peak area in 0.5-2.5 μg . The recovery is 100.3%. **CONCLUSION:** The methods are simple and reliable which can be used for the quality control of Xiao'erqingfei oral liquid. **KEY WORDS** Xiao'erqingfei oral liquid, baicalin, HPLC, TLC

小儿清肺口服液是由黄芩、百部、川贝母、清半夏、冰片等 10 味中药组成,具有清热化痰之功效。临床用于儿童肺热咳喘。黄芩苷为本品有效成分之一,且含量较高,因此采用高效液相色谱法测定样品的黄芩苷含量,并用薄层色谱法对百部、川贝母、冰片进行了定性鉴别研究,结果令人满意。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪;硅胶 G(青岛海洋化工厂);硅胶 G-0.3% CMG-Na 薄层板(自制);黄芩苷、西贝碱、冰片对照品(中国药品生物制品检定所)以及百部对照药材(经鉴定为蔓生百部);试剂均为分析纯;小儿清肺口服液(辽宁省医药工业研究院提供)。

2 定性鉴别

2.1 百部的鉴别

2.1.1 供试品液的制备

取样品 40 ml,加浓氨水调 pH 至 11,用氯仿 60 ml 萃取两次,合并氯仿层液体,蒸干,残渣加氯仿 0.5 ml 溶解,即得。

2.1.2 百部对照药材液的制备

取百部 1.0 g,加水 40 ml,回流 2 h 过滤,滤液加浓氨水 1 ml,蒸干,残渣加氯仿 0.5 ml 溶解,即得。

2.1.3 阴性对照液的制备

按处方比例制成缺百部的口服液,同供试品液的制备方法制得阴性对照液。

2.1.4 薄层层析

吸取上述 3 种溶液各 10 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上。以环己烷-醋酸乙酯-二乙胺(6:4:1)为展开剂展开,取出,在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上,显相同的棕红色斑点;阴性对照液无此斑点。

2.2 冰片的鉴别

2.2.1 供试品液的制备

取本品 10 ml,加入饱和食盐水 2 ml,用 20 ml 乙醚萃取两次,合并乙醚液,蒸干,残渣用 2 ml 乙醚溶解,即得。

2.2.2 冰片对照品液的制备

取冰片对照品 40 mg,置 10 ml 量瓶中,用乙醚稀释至刻度,即得。

2.2.3 阴性对照液的制备

按处方比例制成缺冰片的口服液,同供试品液的制备方法制得阴性对照液。

2.2.4 薄层层析

吸取上述 3 种溶液各 10 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上。以石油醚(30 - 60 $^{\circ}\text{C}$)-醋酸乙酯(19:2)为展开剂展开,取出,晾干,喷以 5% 香草醛硫酸溶液,供试品色谱中在与对照品色谱相应位置上,显相同的蓝色斑点;阴性对照液无此斑点。

2.3 川贝母的鉴别

2.3.1 供试品溶液的制备

取本品 10 ml,加入饱和食盐水 2 ml,用 20 ml 氯仿萃取两次,合并氯仿液,蒸干,残渣用 0.5 ml 氯仿溶解,即得。

2.3.2 对照品溶液的制备

精密称取西贝碱对照品适量,用氯仿制成每 1 ml 含 0.2 mg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3.3 阴性对照液的制备

按处方比例制成缺川贝母的口服液,同供试品液的制备方法制得阴性对照液。

2.3.4 薄层层析

吸取上述 3 种溶液各 10 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板

上。以醋酸乙酯-甲醇-氨水(17:2:1)为展开剂展开,取出,晾干,在105℃烘2h,放冷,喷稀碘化铋钾溶液,供试品色谱中在与对照品色谱相应位置上,显相同的棕红色斑点;阴性对照液无此斑点。

3 小儿清肺口服液中黄芩苷的含量测定

3.1 色谱条件^[1]与系统适用性试验

Hypersil C₁₈柱(5μm,4.6×250mm);流动相为甲醇-水-磷酸(47:53:0.2);检测波长为280nm;柱温为室温;流速为1.0ml/min。理论板数按黄芩苷计算,不低于2000。

3.2 对照品溶液、阴性对照溶液和供试品溶液的制备

精密称取黄芩苷对照品适量,用甲醇配成1.25mg/ml,作为对照品溶液;精密吸取样品溶液5.0ml,加甲醇稀释至50ml,混匀,过滤,续滤液作为供试品溶液。精密吸取缺黄芩的口服液5.0ml,照供试品溶液制备方法制备,作为阴性对照溶液。

3.3 干扰试验

取对照品溶液、阴性对照溶液和供试品溶液,注入高效液相色谱仪。结果供试品溶液和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。

3.4 线性关系的考察

精密吸取黄芩苷对照品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml分别置50ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,各进样20μl,按上述色谱条件进行测定。以黄芩苷浓度为横坐标,峰面积A为纵坐标,计算得回归方程: $A = 4.554 \times 10^5 C + 332$, $r = 0.9999$,表明黄芩苷0.5~2.5μg范围内进样量与峰面积具有良好的线性关系。

3.5 精密度试验

精密吸取黄芩苷对照液20μl,按上述色谱条件,重复进样5次。黄芩苷峰面积值的RSD为1.1%。

3.6 重复性试验

分别精密吸取同一样品溶液5.0ml,共5份,按供试品溶液的制备和样品的测定项下方法操作测定,其平均含量为3.30mg/5ml,RSD为1.3%。

3.7 稳定性试验

经考察,供试品溶液中的黄芩苷24h内稳定。

3.8 样品测定

精密吸取供试品溶液20μl,按上述色谱条件测定,3批样品测定结果见表1。

表1 3批样品的黄芩苷含量

批号	黄芩苷含量 mg/5 ml			含量平均值 mg/5 ml	RSD %
981105	3.26	3.35	3.30	3.30	1.3
981106	3.32	3.34	3.28	3.31	0.9
981107	3.32	3.40	3.38	3.37	1.2

3.9 加样回收率试验

精密吸取已知含量的样品6份,分别加入不同量的黄芩苷对照品。按供试品溶液制备项下方法操作,用上述色谱条件测定,结果见表2。

表2 加样回收率试验结果

样品含量	加入量	测得量	回收率	平均回收率	RSD
mg	mg	mg	%	%	%
3.30	3.0	6.296	99.9		
3.30	3.0	6.325	100.4		
3.30	3.0	6.305	100.1	99.4	1.1
3.30	3.2	6.389	98.3		
3.30	3.2	6.488	99.8		
3.30	3.2	6.344	97.6		

4 讨论

本文曾用氨基酸为对照品对清半夏^[2]进行鉴别,但因本制剂中胆南星等药材也含有氨基酸,该法不适用于本制剂中清半夏的鉴别;另外,本文曾试图对胆南星^[3]进行鉴别,但因本制剂成分较多,互相干扰,未找到可行的鉴别方法。

参考文献

1 孙立新,佟立今,毕开顺.复方板蓝根颗粒一量方法研究.中国现代应用药学,2002,19(2):138.
2 中国药典.一部,1995版.
3 孙长荣等.中药材理化测定.石家庄:河北科学技术出版社,76.