

### 1 仪器与试剂

岛津 GC-14B 气相色谱仪, 岛津 C-R6A 积分仪。联苯 (中国药品生物制品检定所, 批号 0843-9501), 右旋龙脑对照品 (由天然冰片精制而成, 气相色谱面积归一化法测定含量为 99.90%)。试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验: 色谱柱: 以甲基硅橡胶 (SE-30) 为固定相 (涂布浓度 5%), 玻璃柱 (3.2 mm × 2 m); 柱温 130 °C, 进样口温度: 200 °C, FID 检测器温度: 200 °C; 载气 (N<sub>2</sub>): 60 KPa, 氢气 (H<sub>2</sub>): 100 KPa, 空气 (O<sub>2</sub>): 50 KPa; 衰减: 2, 纸速: 2 mm/min, 进样量 2 μL 在上述条件下, 冰片与内标峰及其他杂质峰达到基线分离, 分离度均大于 1.5, 理论板数按右旋龙脑峰计算应不低于 1 000

2.2 内标溶液的制备: 精密量取内标物联苯 400 mg 置 100 mL 量瓶中, 加醋酸乙酯溶解稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 对照品溶液的制备: 精密称取右旋龙脑对照品 40 mg 置 10 mL 量瓶中, 加内标溶液溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.4 线性关系的考察: 精密吸取上述对照品溶液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 μL, 注入气相色谱仪, 以右旋龙脑的量为横坐标, 内标物与右旋龙脑的色谱峰面积比值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程  $Y = 0.1574X - 0.0319$ ,  $r = 0.9998$ , 表明右旋龙脑在 2~20 μg 范围内具有良好的线性关系。

2.5 精密度试验: 上述对照品溶液重复进样 6 次, 内标与对照品峰面积比值的 RSD 为 0.6%。

2.6 重现性试验: 取同一批样品 5 份测定, RSD 为 0.8%。

2.7 回收率试验: 样品加样回收率测定结果为平均回收率为 98.87%, RSD 为 0.9% (n=5)

2.8 样品的测定: 取本品去包衣后研细, 精密称取 4 g, 加乙醚 40 mL, 超声处理 20 min, 滤过, 滤液挥干, 残渣加内标溶液转移到 10 mL 量瓶中, 用内标溶液定容, 摇匀, 按 2.1 项下色谱条件测定 3 批样品, 结果冰片含量 (mg/片) 分别为 2.5, 2.6, 2.6 (RSD 在 0.8%~1.0%)。

### 3 讨论

3.1 通过考察不同的固定液色谱柱, PEG-20M 虽然能分开冰片中的龙脑和异龙脑, 但重现性不理想, 而且出峰时间较晚, 峰形拖尾, 理论板数较低。而 SE-30 分离出的峰形较好, 分离结果稳定。

3.2 曾对薄荷脑、正己酮、正庚烷、正十一醇、正十四烷、正十八烷和联苯作为内标物质进行了筛选, 以联苯最佳。

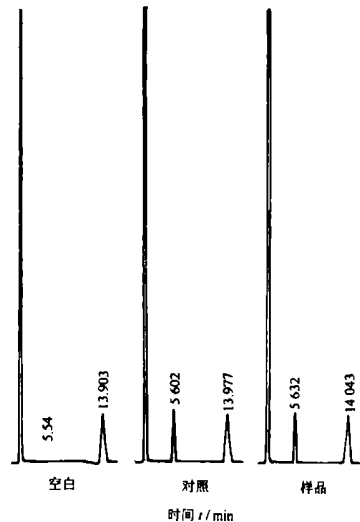


图 1 健心片气相色谱图

## 小儿咽扁颗粒的质量控制

赵慧萍, 严红, 闫血梅\*

(天津中医学院第一附属医院制剂室, 天津 300193)

中图分类号: R927.11

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2001)12-1091-02

小儿咽扁颗粒是由我院根据部颁标准进行移植的药品, 由金银花、射干、金果榄、桔梗、玄参、麦冬、

片黄、冰片 8 味药组成。此方具有清热利咽、解毒止痛之功效。用于肺实热引起的咽喉肿痛, 口舌糜烂,

\* 收稿日期: 2001-04-06

咳嗽痰盛,咽喉炎,扁桃体炎。根据处方中各药材的理化性质,用薄层色谱法对制剂中金银花、射干进行定性鉴别,采用高效液相色谱法对该制剂中的主要成分绿原酸进行含量测定,以进一步完善质量控制体系。

### 1 仪器与药品

美国 Waters 高效液相色谱仪 (510 输液泵, 441 紫外检测器), C1 型 -6 通 HPLC 进样阀, Anashtar 色谱工作站, TCQ-250 超声波清洗器, 岛津 UV-260 紫外可见分光光度计。

绿原酸对照品 (含量测定用, 中国药品生物制品检定所), 射干对照药材 (中国药品生物制品检定所), 小儿咽扁颗粒 (杏林制药厂, 批号: 970902, 970903, 970904), 薄层层析用硅胶板 (烟台市化学工业研究所), 其它试剂为分析纯。

### 2 薄层色谱鉴别

2.1 金银花的薄层色谱鉴别: 取供试品 16 g, 研细, 加甲醇 20 mL, 超声处理 15 min, 滤过, 滤液浓缩至 5 mL, 作为供试品溶液。另取绿原酸对照品, 加甲醇制成每 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》2000 年版一部附录 V(B) 试验。吸取上述两种溶液各 5  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 高效薄层板上, 以醋酸乙酯-甲酸-水 (10: 0.5: 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 在紫外灯 (365 nm) 下检视。供试品、对照品显相同颜色的荧光斑点。见图 1-A。

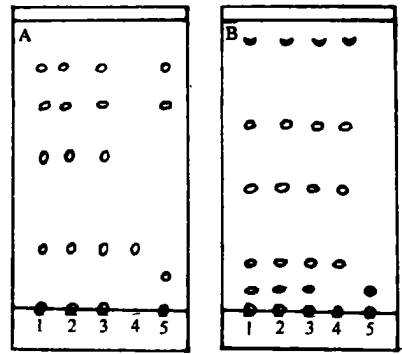
2.2 射干的薄层色谱鉴别: 取射干对照药材 1 g, 加甲醇 20 mL, 按 2.1 项下的方法实验, 吸取供试品溶液与对照药材溶液各 3  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 GF<sub>254</sub> 薄层板上, 以氯仿-甲醇-水 (185: 1.5: 0.2) 的下层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外灯 (254 nm) 下检视。供试品、对照药材显相同颜色的斑点。见图 1-B。

### 3 含量测定

3.1 色谱条件: 色谱柱用十八烷基硅烷键合硅胶作为填充剂; 乙腈-0.4% 磷酸溶液 (13: 87) 为流动相, 检测波长为 327 nm, 理论塔板数为 2 024。见图 2。

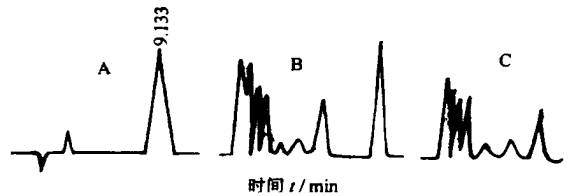
3.2 样品制备: 精密称定供试品 2 g, 置磨口锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 50 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 精密量取 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 弃去初滤液, 收集续滤液作为供试品溶液。

3.3 标准曲线的制备: 精密称取绿原酸对照品适



A 金银花 B 射干  
1 样品 1 2 样品 2 1 样品 1 2 样品 2  
3 样品 3 4 绿原酸 5 阴性

图 1 小儿咽扁颗粒 TLC 图



A 对照品 B 样品 C 阴性样

图 2 HPLC 色谱图

量, 置棕色量瓶中, 加 50% 甲醇制成 17  $\mu$ g/mL 的对照品溶液。按上述色谱条件分别进样 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0  $\mu$ L, 测定峰面积。进样量在 0.017 ~ 0.34  $\mu$ g 范围内与对照品色谱峰面积呈良好线性关系。回归方程:  $Y = 6.063 + 6.844 \times 10^{-5} X$ ,  $r = 0.9994$ 。

3.4 精密度试验: 将同一份供试品按样品制备方法操作, 重复测定 5 次,  $RSD$  为 1.8%。

3.5 重现性试验: 精密称定同一批号供试品 5 份, 按样品制备方法操作, 测定,  $RSD$  为 2.2%。

3.6 回收率试验: 精密称定已知含量的样品 5 份, 精密加入适量绿原酸对照品, 按样品制备方法操作, 测定。结果平均回收率为 100.6%,  $RSD$  为 1.7%。

3.7 样品测定: 3 批样品按前述方法操作, 结果绿原酸含量分别为 0.812, 0.881, 0.798 mg/g。

### 4 结论

4.1 取绿原酸对照品溶液, 用岛津 UV-260 紫外可见分光光度计, 在波长 200~400 nm 范围内扫描, 其最大吸收波长为 327 nm, 故选该波长为测定波长。

4.2 根据 2000 年版药典金银花药材中绿原酸含量测定, 采用乙腈-0.4% 磷酸溶液 (13: 87) 为流动相, 用作小儿咽扁颗粒绿原酸含量测定的流动相, 其分离效果较好。