

●方药研究●

感冒清热颗粒薄层鉴别研究

葛新

(南昌铁路局萍乡铁路医院 江西萍乡 337000)

摘要:目的:制订感冒清热颗粒质量标准。方法:采用不同的方法,对制剂中的荆芥、防风、苦杏仁、柴胡等进行了薄层鉴别方法的研究。结果:上述药材在各自的条件下均能获得很好的分离,阴性无干扰。结论:建立的荆芥、防风、苦杏仁、柴胡的薄层鉴别方法重现性好,可作为感冒清热颗粒的质量控制标准。

关键词:感冒清热颗粒;荆芥;防风;苦杏仁;柴胡;薄层色谱鉴别;质量标准

中图分类号:R 284.1

文献标识码:B

文献编号:1671-4040(2005)01-0067-02

感冒清热颗粒收载于《中华人民共和国药典》2000 年版一部,由荆芥穗、薄荷、防风、柴胡、紫苏叶、葛根、桔梗、苦杏仁、白芷、苦地丁、芦根组成。功能为疏风散寒,解表清热。用于风寒感冒、头痛发热、恶寒身痛、鼻流清涕、咳嗽咽干等。原标准仅有葛根素、苦地丁的薄层鉴别。为了能更好地控制产品质量,保证临床疗效,我们对本制剂中的其它药材进行了薄层鉴别研究,实验方法如下。

1 材料与仪器

1.1 仪器 层析缸 PBQ- I 型薄层自动铺板器(重庆南岸新力实验电器厂);SPU- I 自动喷雾显色器(日本);定量毛细管(美国 Drummond 公司),(100cm×200cm)(上海信谊),硅胶 G、H、GF254(薄层层析用,青岛海洋化工有限公司)。

1.2 药品与试剂 苦杏仁苷对照品(含量测定用,批号:820-9401,中国药品生物制品检定所);防风对照药材(批号:947-9201,中国药品生物制品检定所);荆芥对照药材(批号:911-9104、0911-200107,中国药品生物制品检定所);柴胡对照药材(批号:0992-200102,中国药品生物制品检定所)。感冒清热颗粒:市售。其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 荆芥的 TLC 鉴别

2.1.1 供试品及对照药材溶液的制备 取本品 1 袋,研细,置具塞锥形瓶中,加甲醇 50mL,超声提取 30min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 30mL 使溶解,并转移至分液漏斗中,用水饱和的正丁醇提取 3 次,每次 40mL。合并正丁醇液,用氨试液 40mL 洗涤,弃去氨液,正丁醇蒸干,残渣加甲醇 1mL 使溶解,作为供试品溶液。另取荆芥对照药材 0.8g,加水煮沸 30min,滤过,滤液浓缩至约 30mL,用水饱和的正丁醇提取 3 次,同法制成对照药材溶液。

2.1.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例称取除荆芥的其它药材,按本品制备工艺及供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。

2.1.3 薄层层析 吸取上述两种溶液各 5μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以庚烷-醋酸乙酯-甲醇(8:2:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。结果见图 1。

2.2 防风的 TLC 鉴别

2.2.1 供试品及对照药材溶液的制备 取本品 1 袋,研细,置具塞锥形瓶中,加无水乙醇 50mL,超声提取 30min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2mL 使溶解,作为供试品溶液。另取防风对照药材 0.5g,加水煮沸 30min,滤过,滤液浓缩至约 30mL,用氯仿振摇提取 2 次,每次 20mL,弃去氯仿液,余液在水浴上蒸干,残渣加甲醇 2mL 使溶解,作为对照药材溶液。

2.2.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例称取除防风的其它药材,按本品制备工艺及供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。

2.2.3 薄层层析 吸取上述 2 种溶液各 5μL,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-醋酸乙酯-甲醇(10:3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,结果见图 2。

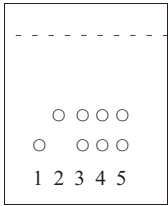


图 1 感冒清热颗粒 TLC 图

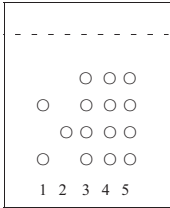


图 2 感冒清热颗粒 TLC 图

注:1 阴性对照,2 荆芥(图 1)、防风(图 2)对照药材,3~5 感冒清热颗粒。

2.3 柴胡的 TLC 鉴别

2.3.1 供试品及对照药材溶液的制备 取柴胡对照药材 1g,加水煮沸 30min,滤过,滤液浓缩至约 30mL,转移至分液漏斗中,用水饱和正丁醇提取 3 次,每次 30mL。合并正丁醇液,用氨试液 40mL 洗涤,弃去氨液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为对照药材溶液。

2.3.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例称取除柴胡的其它药材,按本品制备工艺及供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。

2.3.3 薄层层析 吸取荆芥鉴别项下供试品溶液及上述对照药材溶液各 5μL,分别点于同一以羧甲基纤维素钠为粘

二阶导数紫外光谱法分别测定复方间苯二酚洗剂中苯酚及间苯二酚的含量的研究

熊宝光 晏萍

(南昌铁路局中心医院 江西南昌 330003)

关键词:二阶导数紫外光谱法;复方间苯二酚洗剂;苯酚;间苯二酚;含量测定

中图分类号:R 927.2

文献标识码:B

文献编号: 1671-4040(2005)01- 0068-02

苯酚及间苯二酚是医院普通制剂中常用的原料, 在外用制剂中有杀菌作用。在本制剂中,《中国医院制剂规范》中规定,苯酚及间苯二酚的含量测定用溴量法^[1],而且只能测定苯酚及间苯二酚的总量。采用上述方法测定,操作繁琐费时,不能达到快速检验的目的。为此,本文建立二阶导数紫外光谱法分别测定复方间苯二酚洗剂中苯酚及间苯二酚的含量,简便,快速,结果准确,符合快检的要求。

1 仪器与试剂

岛津 uv-160A 型紫外分光光度计, 苯酚 (分析纯, 020501), 间苯二酚 (分析纯, 020805)。

2 实验条件

2.1 苯酚吸收光谱 精密称取苯酚 100mg 置 100mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。再精密取此液 1mL 置 50mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀。得每 mL 含苯酚 20μg 的溶液,取此液置 1cm 石英比色杯中,以配制的空白溶液作参比在 200~400nm 波长范围内进行扫描有最大吸收峰,与参考文献相同^[1]。本文确定 270nm 为最大吸收峰。

2.2 间苯二酚吸收光谱 精密称取间苯二酚 100mg 置 100mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。再精密取此液 1mL 置

剂的硅胶 G 薄层板上,以醋酸乙酯-甲醇-水(8:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 4%对二甲氨基苯甲醛硫酸乙醇溶液(1→10),在 105℃加热至斑点显色清晰,放置 10min 检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。结果见图 3。

2.4 苦杏仁的 TLC 鉴别

2.4.1 供试品及对照品溶液的制备 取本品内容物 20g,研细,加甲醇 50mL,超声处理 30min,滤过,滤液蒸干。残渣加水 10mL 微热使溶解,放冷,全部通过已处理好的 D101 大孔吸附树脂柱(内径 15mm,高 10cm,加水 30mL 预洗 1 次)上,弃去水液,用氨溶液(4→100)30mL 洗脱,弃去氨液,再用水 30mL 洗脱,弃去水液,继用 20%乙醇 80mL 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇 1mL 使溶解,作为供试品溶液。另取苦杏仁甙对照品适量,加甲醇制成每 1mL 含 2mg 的溶液。

2.4.2 阴性对照溶液的制备 按处方比例称取除苦杏仁的其它药材,按本品制备工艺及供试品溶液制备方法制备阴性对照溶液。

2.4.3 薄层层析 吸取上述两种溶液各 5μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置 12h 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℃加热至斑点显色清

50mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀。得每 mL 含间苯二酚 20μg 的溶液,取此液置 1cm 石英比色杯中,以配制的空白溶液作参比在 200~400nm 波长范围内进行扫描有最大吸收峰,与参考文献相同^[1]。本文确定 274nm 为最大吸收峰。

2.3 苯酚及间苯二酚吸收光谱的选择 因为从苯酚及间苯二酚 0 阶导数吸收光谱来看,它们的吸收峰相差 4nm,绝大部分吸收光谱都重叠在一起,相互干扰没法进行定量分析。就必需对苯酚及间苯二酚吸收光谱进行技术再处理以满足定量分析的要求^[2]。通过对苯酚及间苯二酚吸收光谱的一阶导数处理,仍然有部分吸收峰干扰^[2]。通过对苯酚及间苯二酚吸收光谱的二阶导数处理,则完全排除了苯酚及间苯二酚吸收光谱的相互干扰。苯酚二阶导数光谱在 278nm 处有最大振幅,在 281nm 处振幅为 0。间苯二酚二阶导数光谱在 281nm 处有最大振幅,在 278nm 处振幅为 0。故把波长 278nm 作为苯酚二阶导数光谱的测定波长,把波长 281nm 作为间苯二酚的二阶导数光谱的测定波长。Dλ=1nm,因为苯酚及间苯二酚的二阶导数吸收光谱靠的比较近,为避免干扰采用峰零法。空白液一阶导数及二阶导数光谱与基线重合,故对测定不产生干扰。

晰。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,结果见图 4。

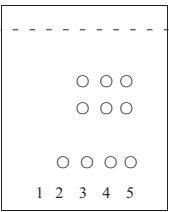


图 3 感冒清热颗粒 TLC 图

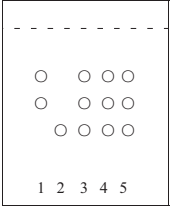


图 4 感冒清热颗粒 TLC 图

注:1 阴性对照, 2 柴胡(图 3)对照药材、苦杏仁苷(图 4)对照品,3~5 感冒清热颗粒。

3 讨论

3.1 采用上述方法对感冒清热颗粒在不同温度、湿度条件下考察,均能检出与对照品或对照药材相同的斑点,薄层色谱鉴别重现性好。

3.2 我们对制剂中桔梗、白芷、芦根也进行了薄层鉴别研究,桔梗药材水解后可见明显斑点,但阴性对照出现干扰;白芷药材中含欧前胡素,由于欧前胡素水溶性差,经薄层鉴别斑点不清晰;芦根薄层鉴别未见特征斑点,其法有待于进一步研究。

(收稿日期: 2004 -12-09)