

清咽片的质量标准提高研究^{*}刘甲平¹ 邢小军² 尚荣国^{3**} 李康乐³ 窦建卫³

(1. 渭南市食品药品检验所, 陕西 渭南 714000; 2. 陕西利君现代中药有限公司, 陕西 渭南 714000; 3. 西安交通大学药学院, 陕西 西安 710061)

摘要:目的 提高清咽片的质量标准。方法 采用 TLC 对桔梗、诃子、甘草进行薄层鉴别, HPLC 对制剂中的清咽片所含成分甘草酸进行含量测定。结果 用薄层色谱鉴别桔梗、诃子、甘草具有较好的专属性; 甘草酸在 148.8 ~ 892.8 ng 范围内与峰面积呈良好的线性关系, 相关系数 $r=0.9994$, 平均回收率 97.8%, $RSD=1.07\%$ ($n=6$)。结论 本实验所建立的方法方便准确, 专属性强, 此标准可有效控制清咽片质量。

关键词:清咽片; TLC; 质量标准; HPLC

中图分类号: R 285.5 文献标识码: A 文章编号: 1672-0571(2017)03-0132-03

DOI: 10.13424/j.cnki.mtcm.2017.06.046

清咽片是由国家食品药品监督管理总局 (CFDA) 批准生产的非处方药, 准字号 Z61020941, 由桔梗、寒水石、龙脑、硼砂、薄荷脑、诃子(去核)、青黛、甘草等八味中药材经一定工艺加工制成的片剂^[1]。具有清凉解热, 生津止渴之功效。临床上主要治疗咽炎、喉炎等属邪热结聚型患者, 症见咽喉肿痛, 口干舌燥, 声音嘶哑, 咽下不利等症^[2]。本品执行《中药成方制剂》第十七册 WS3-B-3322-98, 上述规定仅对本文论述的实验药品性状和青黛的 TLC 鉴别方法做出规定, 为更好的有效控制清咽片的质量, 本实验应用 TLC 对其中的桔梗、诃子、甘草定性鉴别, 并用 HPLC 对本品中的甘草酸进行含量测定。

1 仪器与设备

1.1 仪器 高效液相色谱仪 (LC-20AT 型恒流泵, SPD-20A 型检测器, N2010 色谱工作站, 日本岛津公司); C18 色谱柱 (4.6 mm×150 mm, 5 μm, 汉邦公司); YP1201N 型分析天平 (上海天平仪器厂); FA1104 型 0.1 mg 微量分析天平 (上海天平仪器厂); AB135-S 型 0.01 mg 微量分析天平 (梅特勒-托利多)。

1.2 试药 甘草酸铵对照品 (批号 110731 -

201116); 没食子酸对照品 (批号 110831 - 200302); 桔梗对照药材 (批号 121117 - 200504); 供试、阴性样品均为自制; 其他试剂均为分析纯。

2 薄层色谱鉴别

2.1 桔梗 取样品 20 片, 将包衣去除后研成粉末, 加入 20 mL 7% 的硫酸乙醇-水 (1:3) 溶液, 加热回流 3 h, 放冷至室温, 用三氯甲烷萃取, 用量 20 mL, 重复 2 次, 合并收集三氯甲烷溶液, 加蒸馏水洗 2 次, 每次用量 30 mL, 弃水层, 有机相用无水硫酸钠脱水, 过滤, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 溶解, 此即供试品溶液。同时取 1 g 桔梗对照药材, 据以上方法制成对照溶液。按照处方比例取缺桔梗的其余药材, 用同样的方法制成缺桔梗的阴性样品溶液。依据《中国药典》2015 版四部薄层色谱法 (通则 0502) 要求^[3], 取以上溶液各 10 μL, 各自点于同一硅胶 G 薄层板上的同一水平线上, 以三氯甲烷-乙醚 (2:1) 为展开剂, 展开, 拿出, 晾干, 将 10% 硫酸乙醇溶液喷于薄层板上, 105 °C 加热至斑点显色清晰。与对照药材色谱相比, 供试品色谱在相应的位置上, 主斑点显相同形状及颜色, 随行阴性显示无干扰, 故该方法列入标准正文。结果见图 1。

* 基金项目: 国家自然科学基金项目 (30300444)

** 通讯作者: 尚荣国 (1993-), 男, 西安交通大学硕士研究生, 主要从事中药药理方向研究。E-mail: shangrongguo@