

维 C 银翘片的红外光谱学研究*

Study on Infrared Spectrum of V_C Yinqiao Tablets

戴传勇¹, 隆玉杰², 银胜高^{3**}, 辛 宁³, 黄 云³, 刘布鸣⁴

DAI Chuan-yong¹, LONG Yu-Jie², YIN Sheng-gao³, XIN Ning³, HUANG Yun³, LIU Bu-ming⁴

(1. 广西农业职业技术学院, 广西南宁 530007; 2. 广西邦尔药业有限公司, 广西百色 531500; 3. 广西中医药大学, 广西南宁 530001; 4. 广西中医药研究院, 广西南宁 530022)

(1. Guangxi Agricultural Vocational-Technical College, Nanning, Guangxi, 530007, China; 2. Guangxi Bonger Pharmaceuticals Co. Ltd., Baise, Guangxi, 531500, China; 3. Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning, Guangxi, 530001, China; 4. Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要:【目的】探讨维 C 银翘片红外光谱学特性,为其质量控制提供参考。【方法】采用红外光谱法对广西盈康药业生产的 10 个不同批号维 C 银翘片进行检测,并以其平均图谱为标准图谱(即标准图谱为 1)检测各样品的相似度。【结果】获得维 C 银翘片红外特征吸收峰;维 C 银翘片与维生素 C 及与对乙酰氨基酚对照品三者的共有红外特征吸收峰;维生素 C 与对乙酰氨基酚的检识红外特征吸收峰;10 批样品的相似度在 0.9941~0.9993,拟定其阈值为 0.9900。【结论】所建立的方法具有简便、快速、灵敏等特点,可为维 C 银翘片的定性鉴别及其处方中的维生素 C 与对乙酰氨基酚检识提供参考。

关键词: 维 C 银翘片 维生素 C 对乙酰氨基酚 红外光谱

中图分类号: TQ460.7⁺2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-9164(2014)03-0275-04

Abstract:【Objective】The characteristics of infrared spectroscopy of vitamin C Yinqiao tablets were investigated in order to provide reference for its quality control.【Methods】Detection of 10 different batches of vitamin C Yinqiao tablets produced by Guangxi Yingkang Pharmaceutical Company using infrared spectroscopy, and its average spectrum was served as the standard atlas (i. e. standard atlas 1) to detect the similarity of each sample.【Results】The infrared characteristic absorption peaks were obtained from Vc Yinqiao tablets, which were characterized with the three common infrared characteristic absorption peaks among Vc Yinqiao tablets, Vc and acetaminophen-control products, and for detecting both Vc and acetaminophen. The results showed that the similarity of 10 samples ranged from 0.9941 to 0.9993, formulated the threshold of 0.9900.【Conclusion】This experiment method is simple, rapid, sensitive, which can provide reference for qualitative identification of the Vc Yinqiao tablets and detection of Vc and acetaminophen in the prescription.

Key words: Vc Yinqiao tablet, Vc, acetaminophen, infrared spectrum

收稿日期:2013-12-26

修回日期:2014-01-15

作者简介:戴传勇(1972-),男,主管中药师,硕士,主要从事中草药品种、质量及资源开发研究。

* 广西科技厅项目(桂科攻 11107010-3-6),广西中药质量标准研究重点实验室开放课题基金项目(GXGZZK2011102)资助。

** 通讯作者:银胜高(1984-),男,讲师,硕士,主要从事中药质量控制与标准研究。

【研究意义】维 C 银翘片为常用于治疗感冒的 OTC 药品,其由金银花、连翘等 10 味中药添加维生素 C 和对乙酰氨基酚等西药成分所组成,具有清热解毒、疏风解表的功效,临床常用于流行性感引起

的流行性感冒,症见咳嗽、口干、发热、头痛、咽喉疼痛^[1]。该药临床使用多年,由于起效快,疗效确切,价格低廉,深受感冒患者欢迎,是居家常备的抗感冒药之一。而本实验采用红外光谱法具有很强的指纹特性,根据其谱图特征性和指纹性可进行中药材的鉴别和鉴定,能在宏观上有效控制中药的整体质量^[2],因此本文采用红外光谱法对维 C 银翘片进行研究。【前人研究进展】其处方中的维生素 C 又名抗坏血酸,可降低毛细血管通透性,降低血脂,增强机体的抵抗能力,并有一定的解毒功能和抗组胺作用。临床主要用于坏血病、急性慢性中毒、心肌炎、慢性肝炎等病症^[3];对乙酰氨基酚是非抗炎解热镇痛药,具有解热作用强,疗效好,不良反应相对较少而轻,广泛应用于临床,成为目前首选的解热镇痛药物^[4],常添加于感冒类中成药中。两者均为维 C 银翘片中的主要有效成分。【本研究切入点】目前,尚未见有关维 C 银翘片及两者进行红外光谱学的报道。【拟解决的关键问题】通过对维 C 银翘片进行红外光谱研究,以便为维 C 银翘片的定性鉴别及其处方中的维生素 C 与对乙酰氨基酚检识提供参考。

1 材料与方 法

1.1 材 料

维 C 银翘片(广西盈康药业,生产批号:110408,110802,110409,110410,110901,110503,110602,110701,111004,110502);对乙酰氨基酚对照品(购买于中国药品生物制品检定所,含量测定用,批号:100018-200408);维生素 C 对照品(购买于中国药品生物制品检定所,含量测定用,批号:100425-200702);溴化钾(优级纯);其它试剂均为分析纯。

1.2 仪 器 设 备

美国尼高力公司的 NEXUS-470 傅立叶变换红外光谱仪;上海浦东荣丰科学仪器有限公司的 WS70-1 型红外线快速干燥器;上海跃进医疗器械厂的台式电热恒温干燥箱;森井电气公司的 CH915R 型环保抽湿机;天津市光学仪器厂的 FW-4 型压片机;温岭市林大机械有限公司的 DFT-50 手提式中药粉碎机等。

1.3 方 法

1.3.1 仪 器 设 备 性 能 测 定

采用 2010 版中国药典红外光谱仪性能检测方法,取聚苯乙烯薄膜(厚度约为 0.04 mm)进行红外光谱测定,获得其红外光谱图。

1.3.2 样 品 制 备

空白样品制备:取 KBr 干燥粉末置入玛瑙研钵

中研磨,混合均匀,用压片机进行压片,制成空白样品片。

供试品制备:分别将各供试品的粉末(过 100 目筛)与适量干燥 KBr 粉末放入玛瑙研钵中进行研磨,混合均匀,用压片机进行压片,制得供试品片。

1.3.3 实 验 条 件

样品测定条件:实验测定的温度范围为 25~31℃;湿度的范围为 25%~35%;光谱范围为 4000~400 cm^{-1} ,扫描的次数为 32 次,分辨率为 4 cm^{-1} 。扫描时实时扣除空气中的 H_2O 和 CO_2 的干扰;将预先制备好的样品片置入设定好上述实验参数红外光谱仪器设备中进行测定,以获取各样品的红外光谱图,命名后并保存。各样品分别平行测定 3 次。

图谱处理条件:采用仪器设备自带的 Omnic 7.0 软件对红外图谱进行平行处理,如平滑处理(“Smooth”项选“13”)、基线校正处理(选“Automatic Baseline Correct”项)等,并选定 Omnic 7.0 软件中“Statistical Spectra”项下选择“Average”处理方式,以获取维 C 银翘片样品的红外光谱图的平均图谱,并以平均图谱为标准图谱(即标准图谱为 1),利用 Omnic 7.0 软件中“Analyze”项下选择“Search”功能,分别对 10 批维 C 银翘片样品以平均图谱为标准进行相似度分析。

2 结 果 与 分 析

2.1 仪 器 设 备 性 能

聚苯乙烯薄膜红外光谱图如图 1 所示,在 3110~2850 cm^{-1} 范围内能清晰地分辨出碳氢伸缩振动的 7 个峰,并且在 2923.56 cm^{-1} 峰谷与 2849.42 cm^{-1} 的峰尖之间距远大于药典要求的 18% T;1601.10 cm^{-1} 的峰谷与 1582.9 cm^{-1} 峰尖之间距也大于药典要求 12% T。波数重现性:在 4000~2000 cm^{-1} 区间波数误差小于 $\pm 0.05 \text{ cm}^{-1}$,在 2000~500 cm^{-1} 区间波数误差小于 0.03 cm^{-1} 。波长精度校正:分别用 3027 cm^{-1} ,2851 cm^{-1} ,1601 cm^{-1} ,1028 cm^{-1} ,907 cm^{-1} 处的吸收峰对仪器波数进行校正,在 3000 cm^{-1} 附近波长误差均小于药典要求的 $\pm 1.5 \text{ cm}^{-1}$;在 1000 cm^{-1} 附近波长误差均小于药典要求的 $\pm 1.0 \text{ cm}^{-1}$ 。表明该实验所用的仪器设备的性能符合中国药典^[5]要求。

2.2 空 白 样 品

将按 1.3.2 样品制备项下的空白样品制备方法制备得到的空白 KBr 片置入红外光谱仪中进行测定,得到空白 KBr 的红外光谱图,如图 2 所示。结果表明空白 KBr 不会对样品测定产生影响。

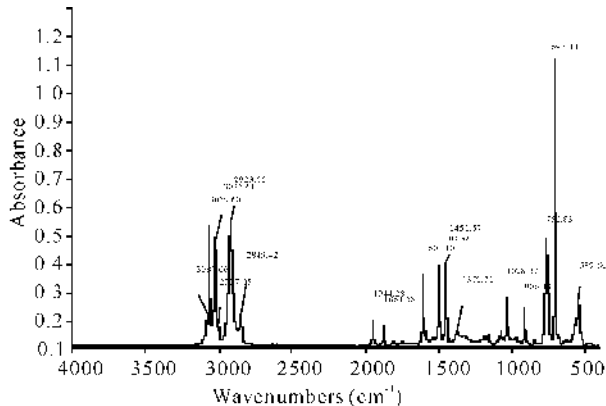


图1 聚苯乙烯薄膜红外光谱

Fig. 1 IR spectra of polystyrene film

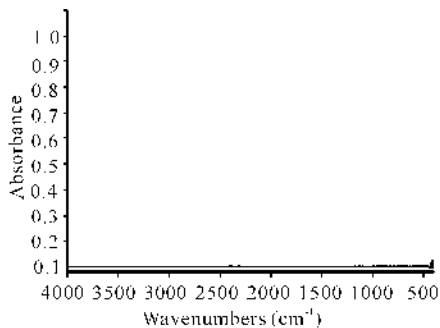


图2 KBr空白样品红外光谱

Fig. 2 IR spectra of the blank sample (in KBr)

2.3 供试品

将按 1.3.2 样品制备项下的供试品制备方法制备得到的各供试品片置入红外光谱仪中进行测定,得到各供试品片的红外光谱图,如图 3 所示。图 3 中从谱线 1 至谱线 10 分别为批号 110408, 110802, 110409, 110410, 110901, 110503, 110602, 110701, 111004, 110502 维 C 银翘片样品的红外光谱图。通过软件处理,得到 10 批维 C 银翘片样品红外光谱的平均图谱,如图 4 所示。获得维 C 银翘片的红外光谱特征吸收峰有: 3523 cm^{-1} , 3412 cm^{-1} , 3324 cm^{-1} , 3199 cm^{-1} , 3163 cm^{-1} , 3113 cm^{-1} , 3037 cm^{-1} , 2924 cm^{-1} , 2883 cm^{-1} , 2794 cm^{-1} , 1657 cm^{-1} , 1611 cm^{-1} , 1564 cm^{-1} , 1508 cm^{-1} , 1441 cm^{-1} , 1371 cm^{-1} , 1326 cm^{-1} , 1258 cm^{-1} , 1227 cm^{-1} , 1171 cm^{-1} , 1113 cm^{-1} , 1022 cm^{-1} , 862 cm^{-1} , 837 cm^{-1} , 807 cm^{-1} , 717 cm^{-1} , 685 cm^{-1} , 627 cm^{-1} , 604 cm^{-1} , 518 cm^{-1} , 465 cm^{-1} 。维 C 银翘片与对乙酰氨基酚及维生素 C 对照品红外光谱图,如图 5 所示。

如图 5 所示,维 C 银翘片与维生素 C 及与对乙酰氨基酚对照品三者的共有特征吸收峰有 3324 cm^{-1} , 1657 cm^{-1} , 1611 cm^{-1} , 1441 cm^{-1} , 1326 cm^{-1} , 1227 cm^{-1} , 717 cm^{-1} , 685 cm^{-1} , 627 cm^{-1} , 广西科学 2014 年 6 月 第 21 卷第 3 期

465 cm^{-1} 。除此外,维生素 C 对照品与维 C 银翘片还共有 3523 cm^{-1} , 3412 cm^{-1} 特征吸收峰; 对乙酰氨基酚对照品与维 C 银翘片还共有 1564 cm^{-1} 特征吸收峰。

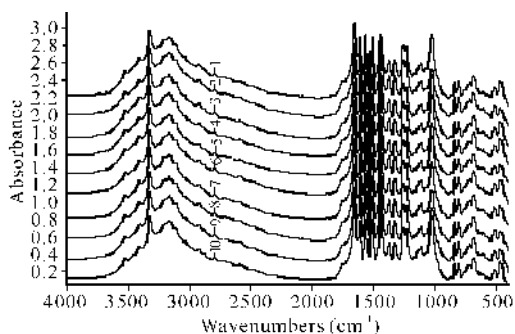


图3 维 C 银翘片 10 批样品的红外光谱

Fig. 3 IR spectrum of 10 batches of V_C Yinqiao tablets

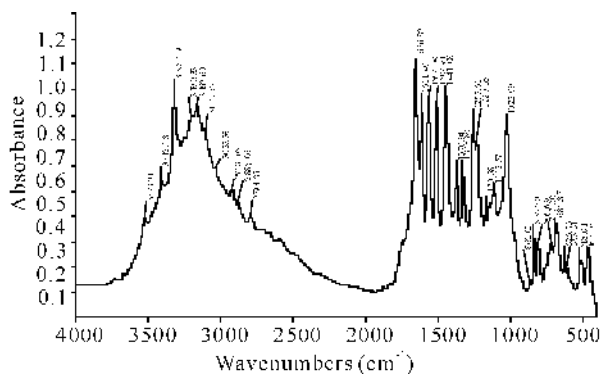


图4 维 C 银翘片 10 批样品红外光谱的平均图谱

Fig. 4 Average IR spectra of 10 batches of V_C Yinqiao tablets

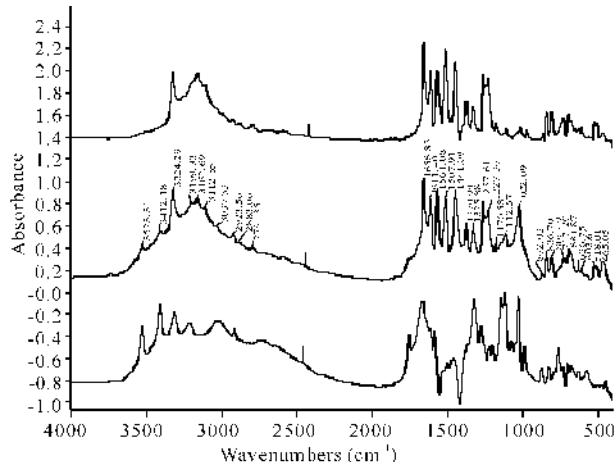


图5 维 C 银翘片与对乙酰氨基酚及维生素 C 对照品红外光谱

Fig. 5 IR spectrum of V_C Yinqiao tablets, acetaminophen and vitamin C

按 1.3.3 实验条件项下的图谱处理条件的方法,分别对 10 批维 C 银翘片样品进行相似度分析,得到

各样品的相似度如表 1 所示,结果表明 10 样品的相似度在 0.9941~0.9993 的范围, RSD 为 0.17%。

表 1 不同批号的维 C 银翘片的相似度

Table 1 The Similarity of 10 batches of V_c Yinqiao tablets

序号 No.	生产批号 Batch	相似度 Similarity	RSD (%)
1	110602	0.9983	
2	110503	0.9993	
3	110409	0.9989	
4	110901	0.9975	
5	110802	0.9952	0.17
6	110408	0.9986	
7	110410	0.9986	
8	110502	0.9941	
9	111004	0.9973	
10	110701	0.9975	

3 结论

红外光谱(Infrared spectra, IR)是由分子的振动一转动能级跃迁引起的光谱,具有高度的专属性,是目前常用于物质定性鉴别和化学结构分析的有效手段之一。其具有对整个化合物分子的专一鉴别功能,且傅里叶变换红外光谱法由于所需样品量少、操作简便、测定快速且特征性强等特点^[6~8]。本实验研究获得维 C 银翘片的红外指纹特征吸收峰,可用于维 C 银翘片的鉴别;通过不同批次维 C 银翘片的相似度在 0.9941~0.9993 的范围,相似度相对标准偏差 RSD 为 0.17% ($n=10$) 小于 3%,说明其差异非常小;通过实验数据分析,拟定维 C 银翘片相似度阈值为 0.9900。

维 C 银翘片中的主要有效成分是维生素 C 及对乙酰氨基酚,二者的有无直接影响治疗效果。因此本实验对维 C 银翘片与维生素 C 及对乙酰氨基酚进行比对研究,结果得到了三者的共有特征吸收峰,有 3324 cm^{-1} , 1657 cm^{-1} , 1611 cm^{-1} , 1441 cm^{-1} , 1326 cm^{-1} , 1227 cm^{-1} , 717 cm^{-1} , 685 cm^{-1} , 627 cm^{-1} , 465 cm^{-1} 。除此外,维生素 C 与维 C 银翘片还共有 3523 cm^{-1} , 3412 cm^{-1} 特征吸收峰;对乙酰氨基酚对照品与维 C 银翘片还共有 1564 cm^{-1} 特征吸收峰。在维生素 C 的分子中共有 4 个 -OH 基;对乙酰氨基酚一个分子中在苯环上有 1 个 -OH 基。因此, 3523 cm^{-1} , 3412 cm^{-1} 可为维生素 C 中的 -OH 的指示峰; 1564 cm^{-1} 可为对乙酰氨基酚苯环上 -CH 指示峰。即 3523 cm^{-1} , 3412 cm^{-1} 为维生素 C 在维 C 银翘片中的指示特征峰; 1564 cm^{-1} 为对乙酰氨基酚在维 C 银翘片中的指示特征峰。这些特征吸收峰可为

维 C 银翘片的定性鉴别及其处方中的维生素 C 与对乙酰氨基酚检识提供参考,且该实验所建立的方法具有简便、快速、灵敏等特点。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(2010 年版一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:1139-1141. State Pharmacopoeia Commission. China Pharmacopoeia (Ed 2010, volume 1)[M]. Beijing: Chinese Medical Science and Technology Press, 2010:1139-1141.
- [2] 刘红霞,孙素琴. 分子振动光谱在中药现代化中的应用[J]. 现代仪器,2005(5):6-10. Liu H X, Sun S Q. Application of molecular vibrational spectrum in the modernization of traditional Chinese medicine [J]. Modern Instruments, 2005(5):6-10.
- [3] 王迎新. 药理学[M]. 北京:人民卫生出版社,2003:216-217. Wang Y X. Pharmacology[M]. Beijing: People's Health Publishing House, 2003:216-217.
- [4] 蔡进金,蔡宏. 感冒用药指南[M]. 北京:金盾出版社,2009:97. Cai J J, Cai H. Medication guide of cold[M]. Beijing: Golden Shield Press, 2009:97.
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(2005 年版一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2005. State Pharmacopoeia Commission. China Pharmacopoeia (Ed2010, volume 1) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010.
- [6] 吴毅彦,唐素芳. 红外光谱法在《中国药典》2000 年版中的应用[J]. 天津药学,2002,14(5):25-27. Wu Y Y, Tang S F. Application of IR spectrum in China Pharmacopoeia (Ed2010) [J]. Tianjin Pharmacy, 2002, 14(5):25-27.
- [7] 王孝勋,李丹丹,姚德惠,等. 广西不同产地对叶百部红外光谱学研究[J]. 时珍国医国药,2013,24(3):318-320. Wang X X, Li D D, Yao D H, et al. Study on IR spectrum of *stemona tuberosa* L. from Guangxi Province [J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2013,24(3):318-320.
- [8] 吴明侠,王晶娟,张贵君,等. 野菊花药材不同炮制品的红外鉴别研究[J]. 时珍国医国药,2011,22(1):211-212. Wu M X, Wang J J, Zhang G J, et al. Study on IR identification of *dendranthema indicum* processed by different methods[J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2011,22(1):211-212.

(责任编辑:尹 闯)