

速效心痛喷雾剂质量标准研究

于德才*, 杨 丽, 朱贺年, 贾金良
(包头中药有限责任公司, 内蒙古 包头 014040)

[摘要] 目的: 建立速效心痛喷雾剂的质量标准。方法: 采用 TLC 法对方剂中的川芎、牡丹皮、冰片进行定性鉴别; 采用 HPLC 法测定丹皮酚的含量。色谱柱为迪马 C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇-水(60: 40); 流速为 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长 274 nm。结果: 进样浓度在 9.576~38.304 μg·mL⁻¹ 范围内线性关系良好($r=0.9999$); 平均回收率 100.3%, RSD 为 0.93% ($n=5$)。结论: 该方法操作简单, 准确可靠, 重复性好, 可作为速效心痛喷雾剂的质量控制方法。

[关键词] 速效心痛喷雾剂; 丹皮酚; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2009)04-0030-02

速效心痛喷雾剂具有清热凉血, 活血止痛之疗效^[1]。本实验采用 TLC 法, 建立川芎、牡丹皮、冰片的薄层鉴别方法, 同时采用 HPLC 法对制剂中所含的牡丹皮进行含量测定, 实验结果表明, 采用的定性、定量检验方法能够有效控制药品质量。

1 仪器与试剂

SpectraSERIES P100 泵, SpectraSERIES UV100 检测器, N2000 工作站, UV1100 紫外分光光度仪, 中北色谱工作站。

川芎对照药材(批号: 0918-200004)、冰片对照品(批号: 110743-200504)、丹皮酚对照品(批号: 0708-9704), 均购自中国药品生物制品检定所。

速效心痛喷雾剂: 批号 20070701、20070702、20070703, 均为本公司自制。

薄层色谱用硅胶 G、GF₂₅₄: 均购自青岛海洋化工厂; 甲醇为色谱纯, 水为双蒸水, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱定性鉴别

2.1.1 川芎、牡丹皮的鉴别 取川芎对照药材 1 g, 加乙醇 5 mL 浸渍 1 h, 并时时振摇, 滤过, 为川芎对照药材溶液。

取丹皮酚对照品适量, 加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的丹皮酚对照品溶液。取牡丹皮药材 1.2 g, 加

乙醇 5 mL 超声处理 10 min, 滤过, 取滤液, 为牡丹皮药材溶液。

按照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 VI B) 试验, 吸取上述溶液及本品药液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上, 以石油醚(30~60 °C)-环己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(6: 12: 5: 0.5) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm) 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点; 在紫外光灯(254 nm) 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斑点。阴性无干扰。

2.1.2 冰片的鉴别 取冰片对照品适量, 加乙醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的对照品溶液。取冰片 2 mg, 加乙醇 4 mL 溶解, 得冰片药材溶液。按照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 VI B)^[2] 试验, 吸取上述溶液及本品药液各 10 μL, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以石油醚 60~90 °C-乙酸乙酯(17: 3) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇试液, 在 105 °C 加热约 5 min。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。阴性无干扰。

2.2 丹皮酚的含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱: 迪马 C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水(60: 40); 检测波长: 274 nm。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取丹皮酚对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 精密量取样品溶液(批

[收稿日期] 2009-03-09

[通讯作者] * 于德才, 男, Tel: (0472) 4614391; E-mail: yudecai3000@163.com

号: 20070701) 5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 精密量取 1 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 过 0.45 μm 滤膜即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 按照工艺制备方法制备缺牡丹皮的样品溶液, 按供试品制备方法制备即得。

2.2.5 标准曲线的制备 精密量取对照品溶液 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.4 和 1.6 mL, 分别置 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 10 μL 注入色谱仪, 依法测定, 记录相应的峰面积值。以峰面积为纵坐标, 对照品浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $A = 4 \times 10^6 C - 4.452 \times 10^3$, $r = 0.9999$ 。结果表明, 丹皮酚在 0.08~0.32 μg 时, 与峰面积呈良好线性关系。

2.2.6 精密度试验 分别精密吸取供试品溶液 10 μL , 连续进样 6 次, 依法测定。结果其峰面积值的 RSD 为 0.66%, 表明精密度良好 ($n=6$)。

2.2.7 稳定性试验 精密量取本品溶液 5 mL, 制备供试品溶液, 分别于 0, 1, 2, 4, 8 h 各进样 10 μL , 依法测定。结果其峰面积值的 RSD 为 1.27%, 表明在 8 h 内测定是稳定的。

2.2.8 重复性试验 分别精密量取本品溶液 5 份, 每份 5 mL, 制备供试品溶液, 精密吸取供试品溶液各 10 μL , 依法测定。结果丹皮酚的平均质量浓度为 3.82 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, RSD 为 1.76% ($n=5$), 表明重复性良好。

2.2.9 回收率试验 采用加样回收率测定方法, 结果见表 1。

2.2.10 样品的测定: 精密量取 3 个批号本品各 5 mL, 制备供试品溶液, 分别精密吸取 3 个供试品溶液和阴性对照溶液各 10 μL , 依法测定, 结果见表 2。

表 1 加样回收率试验结果

| 序号 | 取样量 (mL) | 样品中丹 皮酚的量 | 丹皮酚对照品 加入量(mg) | 测得丹皮酚 的量(mg) | 回收率 (%) | 平均回 收率(%) | RSD (%) |
|----|-------------|--------------|-------------------|-----------------|------------|--------------|------------|
| 1 | 3 | 11.28 | 16.59 | 27.76 | 99.34 | | |
| 2 | 3 | 11.28 | 17.92 | 29.42 | 101.23 | | |
| 3 | 3 | 11.28 | 18.99 | 30.42 | 100.79 | 100.0 | 0.93 |
| 4 | 3 | 11.28 | 19.35 | 30.46 | 99.12 | | |
| 5 | 3 | 11.28 | 18.48 | 29.70 | 99.68 | | |

表 2 速效心痛喷雾剂中丹皮酚测定结果

| 批号 | 丹皮酚含量($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$) |
|----------|---|
| 20070701 | 3.80 |
| 20070702 | 3.51 |
| 20070703 | 3.69 |

3 讨论

取丹皮酚对照品 60% 甲醇溶液, 在 200~600 nm 波长范围扫描, 结果在 274 nm 波长处有最大吸收峰, 且阴性无干扰, 故确定 274 nm 作为检测波长。

本研究方法简便易行, 快速, 结果准确可靠, 可作为该制剂的质量控制方法。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准. 成方制剂[S]. 第 11 册. 1996. 20.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 267.