

妇乐消炎丸的质量标准研究

关 蕾*

(漯河市食品药品检验所, 河南 漯河 462008)

[摘要] 目的: 建立妇乐消炎丸的质量控制方法。方法: 采用薄层色谱法鉴别处方中忍冬藤、大青叶、大血藤。采用 HPLC 法测定处方中盐酸小檗碱的含量。结果: TLC 法鉴别重现性好, 无干扰, HPLC 法测定盐酸小檗碱的含量线性关系良好。重复性、稳定性和加样回收率等均达到含量测定要求。结论: 建立的 TLC 和 HPLC 法可用于该制剂的质量控制。

[关键词] 妇乐消炎丸; 盐酸小檗碱; 含量测定

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2008)09-0018-03

妇乐消炎丸由黄柏、忍冬藤、大青叶、蒲公英、白芷、白蔹、赤芍、延胡索、山楂、大血藤组成, 具有清热泻火, 消炎止痛的功效。主治盆腔炎、附件炎、子宫内膜炎等引起的带下腹痛等症。方中忍冬藤、大青叶、大血藤为臣药, 分别以绿原酸、靛蓝、靛玉红, 大血藤对照药材进行鉴别。黄柏系方中君药, 小檗碱是其主要活性成分之一, 为更好地控制成品质量, 建立小檗碱含量的控制方法。

1 鉴别

1.1 仪器与试药 对照品和对照药材由中国药品生物制品检定所提供, 其中绿原酸的批号: 0753-200111, 靛蓝的批号: 110716-200408, 靛玉红的批号: 717-200204, 大血藤对照药材的批号: 121275-200301; 硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂), 其它试剂均为分析纯。

1.2 忍冬藤鉴别

1.2.1 对照品溶液的制备 绿原酸加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的对照品溶液。

1.2.2 供试品溶液的制备 取本品粉末 10 g, 加甲醇 25 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液浓缩至约 5 mL 作为供试品溶液。

1.2.3 阴性对照溶液的制备 以 1/10 处方量按制备工艺制成不含忍冬藤的阴性样品, 再按供试品溶液制备方法制备, 即得。

1.2.4 鉴别 吸取供试品溶液 20 μ L、对照品溶液 10 μ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上, 以乙酸丁酯-甲酸-水 (7: 2.5: 2.5)

的上层溶液为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365 nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点, 阴性对照液无干扰。

1.3 大青叶鉴别

1.3.1 对照品溶液的制备 取靛蓝对照品、靛玉红对照品, 加三氯甲烷制成每 1 mL 各含 1 mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

1.3.2 供试品溶液的制备 取本品粉末 10 g, 加三氯甲烷 30 mL, 加热回流 1 h, 滤过, 滤液浓缩至 2 mL, 作为供品溶液。

1.3.3 阴性对照溶液的制备 以 1/10 处方量按制备工艺制成不含大青叶的阴性样品, 再按供试品溶液制备方法制备, 即得。

1.3.4 鉴别 吸取上述溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-三氯甲烷-丙酮 (5: 4: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 分别显相同的蓝色斑点和浅紫红色斑点。阴性对照液无干扰。

1.4 大血藤鉴别

1.4.1 对照品溶液的制备 取大血藤对照药材 5 g, 加甲醇 50 mL, 超声提取 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 2% 氢氧化钠溶液 10 mL 使溶解, 用盐酸调节 pH 至 2, 用乙醚振摇提取 3 次, 每次 10 mL, 合并乙醚液, 挥干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为对照药材溶液。

1.4.2 供试品溶液的制备 取本品粗粉 15 g, 加甲醇 50 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 2% 氢氧化钠溶液 10 mL 使溶解, 用盐酸调节 pH 值至 2, 用乙醚振摇提取 3 次, 每次 10 mL, 合并乙醚液, 挥干,

[收稿日期] 2008-03-11

[通讯作者] * 关 蕾, Tel: (0395) 3186136

残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液。

1.4.3 阴性对照溶液的制备 以 1/10 处方量按制备工艺制成不含大血藤的阴性样品, 再按供试品溶液制备方法制备, 即得。

1.4.4 鉴别 吸取上述 3 种溶液各 5 μL, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以三氯甲烷-丙酮-甲酸(8: 1: 0.8) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 2% 三氯化铁乙醇溶液。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。阴性对照液无干扰。

2 小檗碱的含量测定

2.1 仪器与试剂 美国光谱物理公司: P2000 高效液相色谱仪, UV 1000 检测器, 柱温箱: eppendorf TC-50, ANASTAR 色谱数据工作站; 盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所提供, 批号: 110713-200208); Precisa: 92SM-202A-DR 十万分之一/万分之一分析天平; 乙腈为色谱纯; 其它试剂均为分析纯。

2.2 方法与结果

2.2.1 色谱条件 色谱柱: Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm), 柱温: 35 °C, 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸溶液(50: 50) (每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.1 g), 检测波长: 265 nm, 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 进样量: 对照品 5 μL, 样品 10 μL。

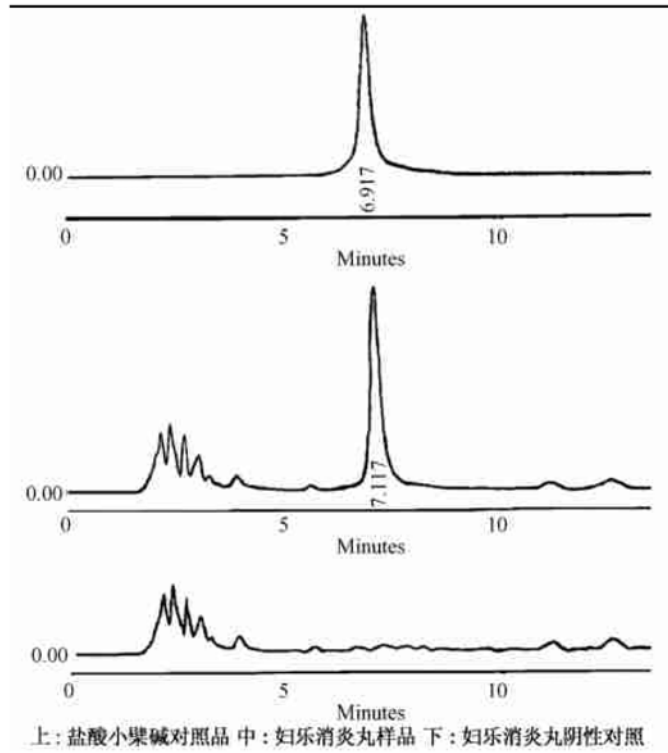
2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取在 100 °C 干燥 5 h 的盐酸小檗碱对照品适量, 加流动相制成每 1 mL 含 0.102 mg 的溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取本品粉末(过 3 号筛)约 1.5 g, 精密称定, 置 100 mL 量瓶中, 加流动相 80 mL, 超声处理(功率 250 W, 频率 40 KHz) 40 min, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 以 1/10 处方量按制备工艺制成不含黄柏的阴性样品, 再按供试品溶液制备方法制备, 即得。

2.2.5 测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μL, 供试品溶液与阴性对照液各 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定, 在盐酸小檗碱吸收峰处, 供试品溶液中有一对应色谱峰, 且前后无其它组分干扰, 阴性对照液无干扰。见图 1。

2.2.6 线性关系考察 精密吸取对照品溶液 2, 6, 10, 15, 20, 25 μL, 进样, 测定峰面积, 以进样量(μg) 为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y) 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 2.7 \times 10^6 X + 1.6 \times 10^6$ ($r = 0.9993$);



上: 盐酸小檗碱对照品 中: 妇乐消炎丸样品 下: 妇乐消炎丸阴性对照

图 1 妇乐消炎丸的 HPLC 图谱

表明盐酸小檗碱进样量在(0.204~ 2.55) μg 范围内呈良好的线性关系。

2.2.7 精密度试验 精密吸取对照品溶液 5 μL, 连续进样 5 次, 分别测定盐酸小檗碱的峰面积平均值为 1.7×10^6 , RSD 为 1.2%; 表明精密度良好。

2.2.8 稳定性试验 取供试品溶液(批号: 20070521) 分别于 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 h 各进样 10 μL, 测定盐酸小檗碱的峰面积; 结果表明供试品溶液在 6 h 内稳定, RSD 为 1.36%。

2.2.9 重复性实验 精密称取同批号供试品 5 份(批号: 20070521) 照以上方法进行测定, RSD 为 0.88%, 表明其重复性良好。

2.2.10 加样回收实验 分别称取同一批样品 5 份(批号: 20070521, 盐酸小檗碱含量 0.54%), 精密称定, 置锥形瓶中, 精密加入浓度为 $0.102 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液 10 mL, 照供试品溶液的制备方法制备, 进样 10 μL, 依法测定, 计算, 即得。平均回收率为 98.63%, RSD 为 0.82%。见表 1。

表 1 妇乐消炎丸的加样回收试验

样品量 (mg)	样品含量 (mg)	加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
133.52	0.721	1.020	1.700	97.65		
130.74	0.706	1.020	1.705	98.78		
126.48	0.683	1.020	1.701	99.88	98.63	0.82
132.22	0.714	1.020	1.708	98.50		
134.81	0.728	1.020	1.719	98.34		

2.2.11 含量测定 按上述方法,对5批制剂(批号: 20070218, 20070521, 20070606, 20070619, 20070710)进行含量测定,盐酸小檗碱含量分别为0.48%, 0.54%, 0.51%, 0.43%和0.50%。

3 讨论

• 20 •

本方法中忍冬藤、大青叶、大血藤等臣药鉴别效果较理想,操作简便,无干扰。对主药黄柏的含量测定方法重复性好,线性关系、精密度、加样回收均符合要求,可作为该制剂的质量控制标准。