

元胡止痛口服液质量标准的研究

陈蕴¹, 刘超¹, 郭胜典¹, 张兆平²

(1 河南省中药研究所, 河南 郑州 450004; 2 郑州市第三人民医院, 河南 郑州 450000)

摘要: 目的: 建立元胡止痛口服液的质量标准。方法: 采用薄层色谱法鉴别制剂中元胡和白芷, 并应用薄层扫描法测定了延胡索乙素的含量。结果: 该方法线性方程为 $Y = 0.00002735X - 0.3826$, $r = 0.9986$, 线性范围 $1.016\mu\text{g} \sim 10.16\mu\text{g}$, 平均加样回收率 100.9% , RSD 为 3.0% 。结论: 上述方法可用于元胡止痛口服液的质量控制。

关键词: 元胡止痛口服液; 延胡索乙素; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2002)04-0007-02

Study on Quality Standard for Yuanhuzhitong Oral Liquid

CHEN Yun, LIU Chao, GUO Sheng-dian, ZHANG Zhao-ping

(Henan Institute of Chinese Materia Medica, Zhengzhou, 450004, China)

Abstract: *Rhizoma Corydalis* and *Radix Angelicae Dahuricae* in Yuanhuzhitong oral liquid were identified by TLC. Dltetrahydropalmitine in Yuanhuzhitong oral liquid was determined by TLCS. Results showed the regression equation was: $Y = 0.0002735X - 0.3821$, $r = 0.9986$, the linear range was $1.016\mu\text{g} \sim 10.16\mu\text{g}$, mean sample recovery rate was 100.9% , RSD was 3.0% . The results indicated the method could be used for the quality control of Yuanhuzhitong oral liquid.

Key words: Yuanhuzhitong oral liquid; Dltetrahydropalmitine; TLCS

元胡止痛口服液系由元胡止痛片剂改而来, 为国家批准的止痛新药。元胡止痛口服液由延胡索、白芷二味药组成, 其中延胡索为君药, 延胡索乙素为延胡索的止痛有效成分之一。中国药典^[1] 收载的原剂型元胡止痛片无含量测定, 文献报道有薄层层析-紫外分光光度法^[2]。为控制药品质量, 实验对元胡、白芷的薄层鉴别以及君药元胡的有效成分延胡索乙素的含量测定方法进行了研究。

1 仪器与材料

CS-930 双波长薄层扫描仪(日本岛津); 元胡止痛口服液(本所提供); 延胡索乙素对照品、白芷对照药材(中国药品生物制品检定所); 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

2.1.1 元胡的鉴别 取本品 10ml, 加氨水 1ml, 加氯仿振荡。萃取两次, 每次 30ml, 合并氯仿液。水浴蒸干, 残渣加无水乙醇 2ml 使溶解, 作为供试品溶液。

同法制缺元胡空白对照液。另取延胡索乙素对照品, 加无水乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。吸取供试品溶液 5 μl , 对照品溶液 2 μl , 空白对照液 5 μl , 分别点于同一含 0.5% 羧甲基纤维素钠的硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-氯仿-甲醇(5:3:0.5) 为展开剂, 展开、取出、晾干, 置碘蒸气中熏数秒钟后, 紫外灯(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。空白样品无干扰。

2.1.2 白芷的鉴别 取本品 20ml, 加乙醚萃取两次, 每次 30ml, 收集乙醚液, 50℃ 水浴挥至 2ml, 作为供试品溶液。同法制缺白芷空白对照液。另取白芷对照药材 1g, 加 60% 乙醇 10ml, 浸泡 24 小时, 加热回流 1 小时, 过滤, 滤液蒸至无醇味, 同法制成对照药材溶液。吸取上述溶液各 10 μl , 分别点于同一含 0.5% 羧甲基纤维素钠的硅胶 G 薄层板上, 以苯-醋酸乙酯(9:1) 为展开剂, 展开两次, 每一次展 6cm, 第二次展 10cm。取出, 晾干。置紫外灯(365nm) 下检视, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的两个主斑点。

2.2 含量测定

收稿日期: 2001-11-12

基金项目: 河南省科技攻关项目(941200930)

2.2.1 溶液的制备

2.2.1.1 供试品溶液的制备 精密吸取本品 15ml, 加氨水 2ml, 摇匀后, 加苯萃取 3 次(40, 40, 20ml), 分取上层苯溶液, 置蒸发皿中, 水浴挥干, 残渣加苯溶解, 定量移入 5ml 容量瓶中并稀释至刻度, 摇匀, 为供试品溶液。

2.2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取延胡索乙素对照品, 加苯制成 0.508mg/ml 的溶液。

2.2.1.3 阴性对照液的制备 取白芷, 按工艺制成空白样品, 照供试品溶液制备法制备, 即得。

2.2.2 薄层层析及扫描条件 硅胶 G 羧甲基纤维素钠板, 100℃活化 30min, 展开剂环己烷-氯仿-甲醇(5:3:0.5), 展开二次, 展距 10cm, 碘蒸气显色。S_x = 3, ΔY = 0.1mm, 狭缝 1.2 × 1.2mm, 双波长反射法锯齿扫描。

2.2.3 吸收波长的选择 吸取对照品液 5μl, 点样, 展开, 显色, 对斑点作 200~300nm 范围的测定, 结果在 λ = 280nm 波长处有最大吸收, 故选择该波长作为测定波长。参比波长为 λ_r = 250nm。

2.2.4 空白干扰的考察 吸取对照品液 5μl, 样品液和阴性对照液各 10μl, 依法点样, 展开, 显色, 扫描, 扫描图见图 1, 表明阴性样品对样品测定无干扰。

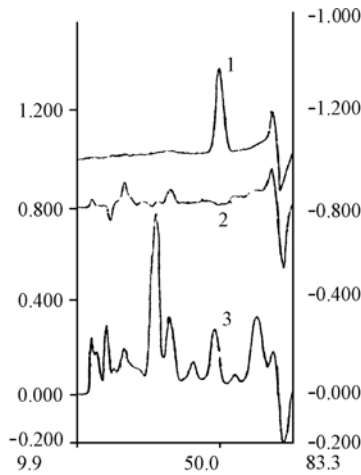


图1 薄层扫描图

1-延胡索乙素 2-空白样品 3-口服液样品

2.2.5 线性范围的考察 精密吸取延胡索乙素对照品液 2.4.6.8.10.15.20μl 点于同一块薄层板上, 每个浓度 2 个点, 按上述条件展开, 显色, 扫描, 以对照品点样量为横坐标 X, 以吸收度积分值为纵坐标 Y, 计算得回归方程为: Y = 0.00002735X - 0.3826, r = 0.9986, 线性范围 1.016μg~10.16μg。

2.2.6 稳定性试验 取样品点样 2μl, 同样扫描条件, 每相隔 1h 测定一次, 结果测至 6h 后吸收度积分值平均为 45274.6, RSD = 0.23% (n = 6)。

表1 标准曲线测定值

点样量 μl	2	4	6	8	10	15	20
y(μg)	1.016	2.032	3.046	4.064	5.080	7.620	10.160
x(积分值)	43547.2	94053.9	132296.7	159816.3	203194.9	284450.2	387955.7

2.2.7 精密度试验 同一样品点 5 个相同量的斑点, 依法测定, 结果吸收度积分值平均为 50809.11, RSD = 2.08% (n = 5)。

2.2.8 重复性试验 取同一批号样品, 按照含量测定方法操作, 重复测定 5 次, 结果平均值为 0.1048mg/ml, RSD = 2.97% (n = 5)。

2.2.9 加样回收试验 取已知浓度样品 1.5ml (含量 0.134mg) 六份, 分别加入浓度为 0.110mg/ml 的对照品液 1.1.5.2ml 各 2 份, 同样品测定法提取, 定容至 1ml, 点样量 10μl, 扫描测定, 结果见表 2。

表2 加样回收率试验结果

加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
0.110	0.245	0.111	100.9		
0.110	0.250	0.116	105.5		
0.165	0.300	0.166	100.5		
0.165	0.304	0.170	103.0	100.9	3.0
0.220	0.348	0.214	97.3		
0.220	0.350	0.216	98.2		

2.2.10 样品含量测定 按含量测定方法制备, 点样, 展开, 显色, 扫描, 计算, 结果 3 批样品延胡索乙素含量为: 0.104mg/ml, 0.099mg/ml, 0.084mg/ml。

3 讨论

在白芷的薄层鉴别中, 通过二次展开, 可排除干扰, 使特征斑点清晰, 并增加了鉴别信息。在含量测定中, 薄层经二次展开, 分离效果更好。

参考文献:

[1] 中华人民共和国药典[S] (一部). 北京: 人民卫生出版社, 1990. 390.

[2] 王西发, 侯建平, 李萍莉, 等. 元胡止痛片的质量标准研究[J]. 中成药研究, 1984, (6): 10.