

麝香祛痛喷雾剂的质量标准研究

刘剑^{1*}, 于德才²

(1. 内蒙古自治区红十字会包头朝聚眼科医院, 内蒙古 包头 014060;
2. 包头中药有限责任公司, 内蒙古 包头 014040)

[摘要] 目的: 建立麝香祛痛喷雾剂的质量标准。方法: 采用 TLC 对方剂中的龙血竭、独活、薄荷脑、冰片、樟脑进行定性鉴别; 采用 GC 测定樟脑、薄荷脑、冰片的含量。色谱柱为聚乙二醇(PEG)-20M 毛细管柱(0.32 mm × 30 m, 0.33 μm); 柱温 160 ℃, 检测器温度 230 ℃, 进样器温度 210 ℃(分流), 检测器 FID。结果: 樟脑在 0.490 4~0.980 7 g·L⁻¹, 冰片在 0.322 2~0.644 5 g·L⁻¹, 薄荷脑在 0.159 9~0.319 7 g·L⁻¹, 对照品浓度的变化对校正因子几乎无影响, RSD 分别为 0.8%, 1.43%, 1.38%。结论: 方法操作简单, 准确可靠, 重复性好, 可作为麝香祛痛喷雾剂的质量控制方法。

[关键词] 麝香祛痛喷雾剂; 质量标准; 薄层色谱法; 气相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2011)07-0084-03

麝香祛痛喷雾剂, 具有活血祛瘀, 疏通经络, 消肿止痛之功效, 用于各种跌打损伤, 瘀血肿痛, 风湿瘀阻, 关节疼痛^[1]。本实验采用 TLC, 以龙血竭对照药材、独活对照药材、薄荷脑、冰片、樟脑为对照, 建立龙血竭、独活、薄荷脑、冰片、樟脑的薄层鉴别方法, 同时采用 HPLC 对制剂中所含的樟脑、薄荷脑、冰片进行含量测定。

1 仪器与试剂

SP-3420 气相色谱仪(北京分析仪器厂), 色谱柱聚乙二醇(PEG)-20M 毛细管柱(0.32 mm × 30 m, 0.33 μm), 检测器 FID, 高纯度 N₂。

麝香祛痛喷雾剂, 包头中药有限责任公司生产(批号 20070601, 20070602, 20070603)。

樟脑对照品(批号 110747-200507)、冰片对照品(批号 110743-200504)、薄荷脑对照品(批号 110728-200506)、龙血竭对照药材(批号 121252-200502)、独活对照药材(批号 120940-200708), 均购自中国药品生物制品检定所。

薄层色谱用硅胶 G 均购自青岛海洋化工厂, 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 龙血竭的鉴别 取按照工艺制备方法制备

缺龙血竭的样品溶液 100 mL, 置分液漏斗中, 加乙醚 80 mL, 振摇, 静置, 分取乙醚液; 水溶液再用乙醚提取 2 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 为龙血竭阴性对照溶液。

取龙血竭对照药材 0.1 g, 加乙醚 20 mL, 超声处理 8 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 为龙血竭对照药材溶液。

取本品 100 mL, 置分液漏斗中, 加乙醚 80 mL, 振摇, 静置, 分取乙醚液; 水溶液再用乙醚提取 2 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 为供试品溶液。

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 3 种溶液各 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, 以三氯甲烷-甲醇(19:1)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, 显相同颜色的斑点。阴性无干扰。

2.1.2 独活的鉴别 取按照工艺制备方法制备缺独活的样品溶液 100 mL, 置分液漏斗中, 加乙醚 80 mL, 振摇, 静置, 分取乙醚液; 水溶液再用乙醚提取 2 次, 每次 20 mL, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加乙醚 1 mL 使溶解, 为独活阴性对照溶液。

取独活对照药材 0.2 g, 加乙醚 20 mL, 超声处理 8 min, 滤过, 滤液挥至 2 mL, 为独活对照药材溶液。

取本品 100 mL, 置分液漏斗中, 加乙醚 80 mL, 振摇, 静置, 分取乙醚液; 水溶液再用乙醚提取 2 次,

[收稿日期] 2010-09-06

[通讯作者] * 刘剑, Tel: 0472-7163806, E-mail: kangliliujian@sina.com

每次 20 mL,合并乙醚液,蒸干,残渣加乙醚 1 mL 使溶解,为供试品溶液。

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 3 种溶液各 20 μ L,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,以正己烷-甲苯-乙酸乙酯(2:1:1)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,显相同颜色的斑点。阴性无干扰。

2.1.3 薄荷脑、冰片的鉴别 取按照工艺制备方法制备缺薄荷脑、冰片的样品溶液,为薄荷脑、冰片阴性对照溶液。

取薄荷脑对照品、冰片对照品,加乙醇制成每 1 mL 含薄荷脑 10 mg、冰片 20 mg 的混合溶液,为薄荷脑、冰片对照品溶液。

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 2 种溶液及样品溶液各 5 μ L,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,以甲苯-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以香草醛硫酸试液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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。

2.1.4 樟脑的鉴别 取按照工艺制备方法制备缺樟脑的样品溶液,为樟脑阴性对照溶液。

取樟脑对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 30 mg 的溶液,为樟脑对照品溶液。

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 2 种溶液及样品溶液各 5 μ L,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,以甲苯-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 磷钼酸乙醇溶液,在 110 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。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 樟脑、薄荷脑、冰片的含量测定

2.2.1 色谱条件 SP-3420 气相色谱仪(北京分析仪器厂),色谱柱聚乙二醇(PEG)-20M 毛细管柱(0.32 mm $\times$ 30 m, 0.33 mm),检测器 FID,高纯度 N_2 柱温 160 $^{\circ}$ C,检测器温度 230 $^{\circ}$ C,进样器温度 210 $^{\circ}$ C(分流)。

2.2.2 内标溶液的制备 精密称取萘 0.4 g,置 100 mL 量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,

即得。

2.2.3 对照品内标溶液的制备 精密称取樟脑对照品、冰片对照品和薄荷脑对照品 6.4, 2 mg 置 10 mL 量瓶中,精密加入内标液 1 mL,加无水乙醇至刻度,摇匀,即得。

2.2.4 供试品溶液的制备 精密量取样品溶液 1 mL,置 50 mL 量瓶中,精密加入内标液 5 mL,无水乙醇至刻度,摇匀,即得。

2.2.5 线性关系考察 内标液的制备:精密称取萘 0.2 g,置 100 mL 量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,备用。

对照品溶液的制备:精密称取樟脑对照品、冰片对照品和薄荷脑对照品 0.3, 0.2, 0.1 g,分别置 10 mL 量瓶中,用无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取对照品溶液 0.4, 0.5, 0.6, 0.7 和 0.8 mL,分别置 25 mL 量瓶中,各精密加入内标液 5 mL,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,取 1 μ L 注入气相色谱仪测定。计算校正因子,以对照品的浓度为横坐标,校正因子为纵坐标绘制标准曲线,结果表明,樟脑在 0.490 4 ~ 0.980 7 $g \cdot L^{-1}$ 对照品浓度的变化对校正因子几乎无影响, RSD 0.8%;冰片在 0.322 2 ~ 0.644 5 $g \cdot L^{-1}$ 对照品浓度的变化对校正因子几乎无影响, RSD 1.43% 和 1.00%;薄荷脑在 0.159 9 ~ 0.319 7 $g \cdot L^{-1}$ 对照品浓度的变化对校正因子几乎无影响, RSD 1.38%。

2.2.6 精密度试验 精密吸取 1 μ L 对照品溶液注入色谱仪测定。重复进样 6 次,结果表明本法精密度良好,樟脑、冰片、薄荷脑的 RSD 1.24%, 1.48%, 0.64%。

2.2.7 重复性试验 精密吸取对照品内标溶液、供试品溶液 1 μ L 注入色谱仪测定,计算校正因子,用校正因子计算含量,结果表明,本法重复性较好,樟脑、冰片、薄荷脑的 RSD 0.64%, 0.93%, 1.33%。

2.2.8 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 1 μ L 注入色谱仪测定。样品溶液分别放置 0, 4, 8 h 测定,结果表明,本法在 8 h 内测定方法稳定。

2.2.9 回收率测定 对照品内标溶液、供试品溶液 1 μ L 注入色谱仪测定,计算校正因子,用校正因子计算含量,结果见表 1。

樟脑的平均回收率为 99.0% (RSD 0.45% $n=5$);薄荷脑的平均回收率为 99.9% (RSD 0.91% $n=5$);冰片的平均回收率为 98.9% (RSD 0.60% $n=5$)。

表 1 5 种成分加样回收试验

No.	样品中的组分	取样量 /mL	样品中的量 /mg	加入量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%
1	樟脑	13.37	22.67	35.54	98.61	100.7
	薄荷脑	0.40	3.68	6.14	9.89	
	冰片	8.27	14.19	22.02	98.04	
2	樟脑	15.04	21.63	36.27	98.91	98.80
	薄荷脑	0.45	4.14	5.87	9.89	
	冰片	9.31	13.04	22.28	99.69	
3	樟脑	16.71	16.35	32.70	98.91	100.8
	薄荷脑	0.50	4.60	4.42	9.09	
	冰片	10.34	10.18	20.34	99.12	
4	樟脑	18.38	14.48	32.78	99.76	100.1
	薄荷脑	0.55	5.06	3.90	8.97	
	冰片	11.37	9.06	20.23	99.02	
5	樟脑	20.05	13.29	32.95	98.83	99.14
	薄荷脑	0.60	5.52	3.77	9.21	
	冰片	12.41	8.60	20.77	98.86	

2.2.10 样品含量测定 精密吸取对照品内标溶液 1 μL 注入色谱仪测定 ,计算校正因子。取本品 3 批 ,按照供试品溶液配制方法配制溶液 ,分别精密吸取供试品溶液 1 μL 注入色谱仪测定 ,用校正因子计算含量 ,结果见表 2。色谱图见图 1。

表 2 3 批样品含量测定 g·L⁻¹

批号	樟脑	薄荷脑	冰片
20070601	33.42	9.20	20.68
20070602	33.56	9.56	21.76
20070603	33.58	9.41	21.51

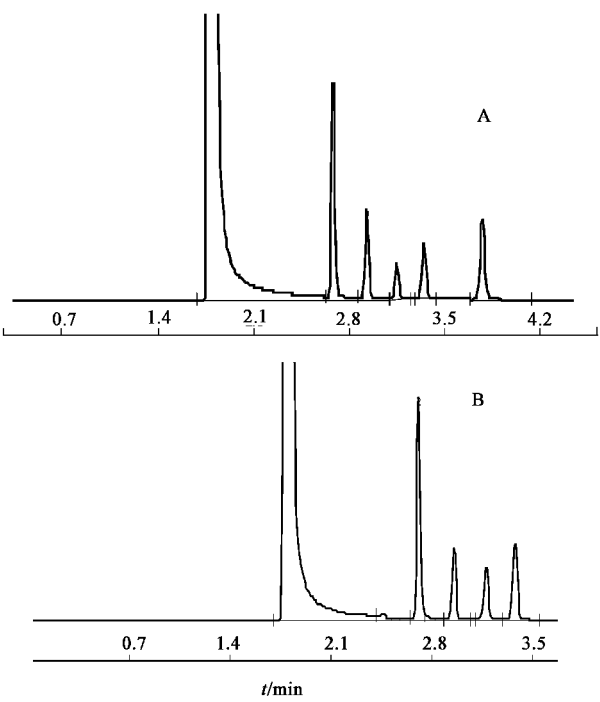


图 1 麝香祛痛喷雾剂 GC 图谱
A. 对照品;B. 供试品;1.

3 讨论

曾采用文献[2]方法程序升温气相色谱法测定 3 种有效成分的含量 ,分离效果较差 ,采用本法 ,分离效果好 ,重现性好。

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2005:665.
[2] 刘伟华. 程序升温气相色谱法测定麝香祛痛搽剂中 3 种有效成分的含量[J]. 药物分析杂志,2001,21(2):129.

[责任编辑 蔡仲德]