

表 1 绿原酸回收率实验结果

取样量 / mg	样品含量 / mg	加入量 / mg	测得量 / mg	回收率 / %
1. 618 7	0. 607 0	0. 580 0	1. 173 7	97. 7
1. 542 6	0. 578 5	0. 580 0	1. 134 2	95. 8
1. 501 8	0. 563 2	0. 580 0	1. 122 9	96. 5
1. 573 9	0. 590 2	0. 580 0	1. 171 8	100. 0
1. 496 2	0. 561 1	0. 580 0	1. 025 9	97. 4
1. 585 0	0. 594 4	0. 580 0	1. 162 1	97. 9

表 2 样品含量测定结果

批号	绿原酸的含量 / %	每粒含绿原酸 的量 /μg
060801	0. 037 6	93. 75
060802	0. 037 8	94. 50
060803	0. 038 1	95. 25
060804	0. 037 0	92. 50
060805	0. 037 9	94. 75

3 讨论

用 TLC法鉴别万太丹胶囊中紫草、槐花、金银花、丹参的特征色谱斑点,斑点清晰,阴性对照无干扰,专属性强,重复性好,可以定性地控制该制剂的质量。本实验中,紫草的鉴别采用了紫草药材作为对照品,结果表明,检出成分不受处方中其他组分的干扰,方法可

行。为了避免各因素对薄层色谱的影响,展开时室温均控制在 18 ~ 25 之间,相对湿度范围为 45% ~ 65%<sup>[3]</sup>。

含量测定的流动相选择中,曾采用《中华人民共和国药典》中绿原酸的流动相条件(乙腈:0.4%磷酸溶液=13:87),但由于万太丹胶囊中中药成分太多,对绿原酸的峰干扰较大,因而分离度不好,将流动相选择为乙腈:0.3%磷酸溶液=15:85后,绿原酸的分离效果得到明显改善,且磷酸浓度较《中华人民共和国药典》标准浓度低,有利于保护色谱柱,是测定万太丹胶囊中绿原酸含量的最佳流动相条件<sup>[4]</sup>。

[DOI] 10.3870/yydh.2009.12.037

[参考文献]

[1] 李维忠,张勤.妇康丸的显微及薄层色谱鉴别研究[J].时珍国医国药,2007,18(6):1468.  
[2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[Z].北京:化学工业出版社,2005:附录31.  
[3] 国家药典委员会.中药薄层色谱彩色集[M].广州:广东科技出版社,1995:473.  
[4] 赵丽茹,张小兰,王永生.止咳宁嗽胶囊质量标准的研究[J].时珍国医国药,2007,18(6):1452-1453.

高效液相色谱法测定盐酸奈福泮的含量

罗立骏,龚士学,张伟  
(重庆市药品检验所,401121)

[摘要] 目的 建立高效液相色谱法测定盐酸奈福泮片的含量。方法 采用 Agilent Edipse XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱,以 0.01 mol·L<sup>-1</sup>庚烷磺酸钠溶液(取 2.02 g 庚烷磺酸钠,溶于纯化水约 900 mL 中,加入三乙胺 2 mL,用稀磷酸溶液调节 pH 值为 3.0,加纯化水至 1 000 mL) - 乙腈 (67:33) 作为流动相,流速:1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 215 nm。结果 盐酸奈福泮浓度线性范围为 10.95 ~ 65.70 μg·mL<sup>-1</sup> (r=0.999 9),平均回收率为 99.8%,RSD = 0.67% (n=9),最低检出限为 19.6 ng,定量限为 65.3 ng。结论 该方法专属性强,结果准确,适用于快速测定盐酸奈福泮片的含量。

[关键词] 奈福泮;盐酸;色谱法;高效液相;含量测定

[中图分类号] R971.1;R927.2 [文献标识码] A [文章编号] 1004-0781(2009)12-1623-02

盐酸奈福泮为一种新型的非麻醉性中枢镇痛药,兼有轻度的解热和肌松作用。化学结构属于环化邻甲基苯海拉明。不具有非甾体抗炎药的特性,亦非阿片受体激动药。对中、重度疼痛有效,其镇痛作用与吗啡相当。对呼吸抑制作用较轻,对循环系统无抑制作用,具有依赖性小、不良反应小等优点。一般常用于手术后、癌症、急性外伤镇痛,亦用于急性胃炎、胆道蛔虫症、输尿管凝结物等引起的内脏平滑肌绞痛<sup>[1,2]</sup>。盐酸奈

福泮片质量标准收载于《中华人民共和国药典》<sup>[3]</sup>,采用非水滴定法测定含量,经实验考察,因辅料中硬脂酸镁的影响,使测定结果偏高,同时,因该法需要添加醋酸汞试液,易对环境造成污染。笔者根据盐酸奈福泮的性质,建立了以水溶解并稀释样品,再经离心处理供试溶液的方法,采用高效液相色谱(HPLC)法进行盐酸奈福泮片的含量测定。该法准确、可靠、便捷,更适用于盐酸奈福泮片的含量测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 安捷伦 1100型高效液相色谱仪(配备紫外检测器及二极管阵列检测器);湘仪实验设备有限公司 H1650-W 型离

[收稿日期] 2009-02-27 [修回日期] 2009-07-06  
[作者简介] 罗立骏(1978-),男,广西人,药师,学士,从事药品检验工作。电话:023-86072741, E-mail: amd19972009@sina.com。

心机。

**1.2 试药** 盐酸奈福泮对照品(中国药品生物制品检定所,批号:100168-200602,纯度 99.9%),盐酸奈福泮片(收集国内 7 个生产厂家共 7 批样品,规格为每片 20 mg),庚烷磺酸钠为色谱专用级,乙腈为色谱纯,水为超纯水,其他试剂均为分析纯。

## 2 色谱条件

色谱柱:Agilent Edipse XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相:0.01 mol·L<sup>-1</sup>庚烷磺酸钠溶液(取 2.02 g 庚烷磺酸钠,溶于约 900 mL 水中,加入三乙胺 2 mL,用稀磷酸溶液调节 pH 值为 3.0,加水至 1 000 mL)乙腈(67:33);流速:1.0 mL·min<sup>-1</sup>;检测波长为 215 nm;柱温为 25 °C;进样体积为 20 μL。盐酸奈福泮峰的理论塔板数为 8 900,空白辅料、对照品及样品的色谱图见图 1。

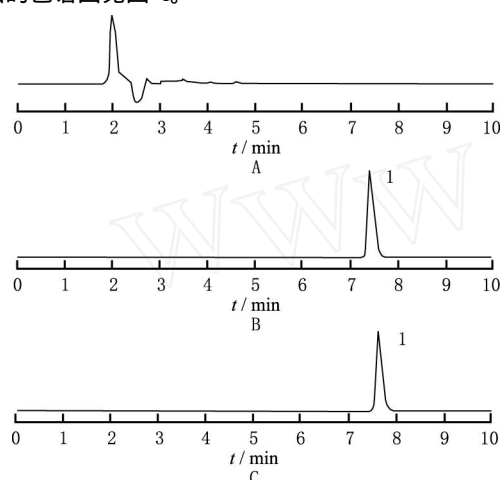


图 1 空白辅料(A)、对照品(B)及样品(C)HPLC 色谱图  
1. 盐酸奈福泮

## 3 溶液的制备

**3.1 对照品储备液** 精密称取盐酸奈福泮对照品约 10 mg,置 50 mL 量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

**3.2 对照品溶液** 取“3.1 项下的对照品储备液 5.0 mL,置 25 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

**3.3 供试品溶液** 取本品 20 片,精密称定,研细,精密称取适量(相当于盐酸奈福泮 20 mg),置 500 mL 量瓶中,加水适量,使盐酸奈福泮充分溶解,加水稀释至刻度,摇匀,取溶液适量离心(3 000 r·min<sup>-1</sup>) 5 min,取上清液即得。

## 4 方法与结果

**4.1 线性关系考察** 分别精密量取对照品储备液 5, 10, 15, 20, 25, 30 mL,置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水稀释成系列浓度(10.95~65.70 μg·mL<sup>-1</sup>),摇匀,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积(Y)为纵坐标,浓度(X)为横坐标,进行线性回归,得回归方程:Y = 56.613X - 13.867, r = 0.999 9。结果表明:盐酸奈福泮在 10.95~65.70 μg·mL<sup>-1</sup> 浓度范围内呈良好线性关系。

**4.2 精密度实验** 取上述对照品溶液,连续进样 6 次,测定峰面积, RSD 为 0.43%,表明精密度良好。

**4.3 重复性实验** 照“3.3 项下的方法,制备 6 份供试品溶

液,依法测定含量,盐酸奈福泮片含量测定结果的 RSD 为 0.65%,方法重复性良好。

**4.4 回收实验** 精密称取盐酸奈福泮对照品约 15 mg,置 500 mL 量瓶中,约 10 mg 与 12 mg,置 250 mL 量瓶中,每个浓度组各 3 份,按配方比例加入空白辅料,照“3.3 项下方法制备供试液,依法测定,结果 3 个浓度组的平均回收率分别为 100.0%, 99.2%, 100.1%。9 份样品的平均回收率为 99.8%, RSD 为 0.67%。

**4.5 稳定性实验** 取供试品溶液分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样,测得峰面积计算 RSD 为 0.3%,表明样品溶液在 10 h 内稳定。

**4.6 最低检出限与定量限** 当信噪比为 3 时,最低检出限为 19.6 ng;当信噪比为 10 时,定量限为 65.3 ng。

**4.7 样品测定** 取“3.3 项下的供试品溶液及“3.2 项下的对照品溶液各 20 μL,按上述色谱条件测定。按外标法峰面积分别计算样品中的盐酸奈福泮的含量,并与非水滴定法测定的含量进行比较,结果见表 1。

表 1 盐酸奈福泮样品测定结果比较 %

生产厂家	批号	非水滴定法	HPLC 法
厂家 1	20060902	99.5	97.9
厂家 2	08011801	98.6	97.1
厂家 3	20080301	97.8	94.6
厂家 4	20060801	99.4	98.3
厂家 5	20070311	93.8	90.8
厂家 6	20080101	98.4	97.0
厂家 7	061201	100.9	99.6

## 5 讨论

**5.1 流动相与检测波长的选择** 由于盐酸奈福泮为带正电荷的化合物,故在流动相添加庚烷磺酸钠与其形成离子对,使盐酸奈福泮保持稳定,同时,添加三乙胺,改善峰形。PDA 检测器扫描紫外吸收光谱,显示本品在 267 nm 附近有最大吸收,但吸收度非常小,在 215 nm 附近有一平缓的最大吸收,且吸收度比较大,考虑到流动相中的庚烷磺酸钠、乙腈在 215 nm 附近均无显著的紫外吸收,因此将检测波长定为 215 nm。

**5.2 提取条件的确定** 盐酸奈福泮在水中溶解,滤纸对其有较显著的吸附,故采用水作溶剂,经离心后实验,回收实验的回收率为 99.8%,表明供试液的制备方法可行。

**5.3 两种方法测定结果差异的原因** 经实验证明,采用非水滴定法测定,处方中的硬脂酸镁,也要消耗高氯酸滴定液,视处方差异,使滴定结果显著偏高 1%~5%。

总之,本方法操作简便,专属性强,适于盐酸奈福泮片的含量测定。

[DOI] 10.3870/yydh.2009.12.038

## [参考文献]

- [1] 阳玲,胡波,李桂蓉.盐酸奈福泮在玻璃体切除术中的镇痛效果的观察及护理[J].全科护理,2008,6(20):2730-2732.
- [2] 马玉珊,林雪梅,江晓琴.盐酸奈福泮用于妇科腹腔镜术后镇痛的临床观察[J].华西医学,2007,22(3):498-499.
- [3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(二部)[Z].北京:化学工业出版社,2005:533.